

ANDRÉ LUIS FARIA E SILVA

**INFLUÊNCIA DO GRAU DE CONVERSÃO DO
CIMENTO E DO PROCEDIMENTO ADESIVO NA
RETENÇÃO DE PINOS INTRA-RADICULARES**

Dissertação apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba, da Universidade
Estadual de Campinas, para obtenção do
Título de Mestre em Clínica Odontológica,
Área de Concentração em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Luís Roberto Marcondes Martins

Piracicaba

2006

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**
Bibliotecário: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

Si38i	<p>Silva, André Luís Faria e. Influência do grau de conversão do cimento e do procedimento adesivo na retenção de pinos intra-radiculares. / André Luís Faria e Silva. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2006.</p> <p>Orientador: Luís Roberto Marcondes Martins. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.</p> <p>1. Cimentação. 2. Materiais dentários. 3. Endodontia. I. Martins, Luís Roberto Marcondes. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título. (mg/fop)</p>
-------	---

Título em Inglês: Influence of cement degree of conversion and adhesive procedure on retention of root canal posts

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Cementation. 2. Dental materials. 3. Endodontics

Área de Concentração: Dentística

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca Examinadora: Luís Roberto Marcondes Martins, Walison Arthuso Vasconcelos, Marcelo Giannini

Data da Defesa: 28-11-2006

Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 28 de Novembro de 2006, considerou o candidato ANDRÉ LUÍS FARIA E SILVA aprovado.

A stylized, handwritten signature in blue ink, belonging to Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins, is positioned above a horizontal line.

PROF. DR. LUIS ROBERTO MARCONDES MARTINS

A stylized, handwritten signature in blue ink, belonging to Prof. Dr. Walison Arthuro Vasconcelos, is positioned above a horizontal line.

PROF. DR. WALISON ARTHURO VASCONCELOS

A stylized, handwritten signature in blue ink, belonging to Prof. Dr. Marcelo Giannini, is positioned above a horizontal line.

PROF. DR. MARCELO GIANNINI

Dedico este trabalho

Aos meus pais, Expedito e Ana Maria,
por não medirem esforços para a realização dos meus sonhos.

Exemplos de integridade, honestidade e perseverança,
valores que sempre guiaram a minha vida e
possibilitaram o meu crescimento.

Saibam que todas as minhas conquistas
só foram possíveis graças ao incentivo de vocês.
Espero um dia retribuir tudo o que fizeram por mim!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A DEUS, pela saúde e força concedida nos momentos mais difíceis desta caminhada, nunca me deixando pensar em desistir. Pela benção de ter me dado os pais que tenho e pelas pessoas incríveis que colocou no meu caminho...

Ao meu irmão, Roberto César, por todo incentivo, carinho e apreço que sempre teve por mim. A sua força de vontade e gana para o trabalho sempre me serviram de inspiração.

À Débora, por todo o carinho e momentos especiais que me proporcionou desde a minha chegada à Piracicaba. Pelo conforto nos momentos difíceis e palavras de incentivo. Saiba que você e sua família são pessoas iluminadas e muito especiais, que estarão sempre guardadas no meu coração.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Luís Roberto Marcondes Martins, a quem sempre me permitiu chama-lo de Beto. Tornou-se não apenas um orientador, na faculdade e na vida, mas também um verdadeiro amigo, cuja amizade pretendo sempre cultivar. Uma pessoa muito especial e um exemplo de vida pessoal e profissional. Sempre faltarão palavras para expressar a minha gratidão por tudo que fez por mim.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual de Campinas, nas pessoas do Magnífico Reitor Prof. Dr. José Tadeu Jorge e vice-reitor Prof. Dr. Fernando Ferreira Costa;

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, nas pessoas do diretor Prof. Dr. Franscisco Haiter Neto e do diretor associado Prof. Dr. Marcelo de Castro Meneghim;

Ao Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, coordenador dos cursos de Pós-graduação, e à Profa. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia, coordenadora do curso de Pós-graduação em Clínica Odontológica;

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão do Auxílio à Pesquisa que proporcionou a realização deste trabalho;

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da Bolsa de demanda social durante todo o meu curso de mestrado, sendo de importância fundamental para a minha manutenção em Piracicaba durante este período;

Ao Prof. Dr. Elliot Watanabe Kitajima, do NAP/MEPA – ESALQ/USP, por disponibilizar as instalações do laboratório de Microscopia Eletrônica, onde foi realizado parte desta dissertação, e por todos os conhecimentos transmitidos;

Ao Prof. Dr. Airton Abrahão Martin por permitir a utilização do espectrômetro FT-Raman, instalado no laboratório de Espectroscopia Biomédica, sob sua coordenação, no Centro de Pesquisa em Engenharia Biomédica do Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento da UNIVAP;

Ao aluno de doutorado em Engenharia Biomédica da UNIVAP, Luis Eduardo Silva Soares, pelo auxílio durante a execução de parte desta dissertação;

Ao Prof. Dr. Luís Alexandre M. S. Paulillo pelo empréstimo do aparelho Optilux 501, da célula de carga da EMIC e do dispositivo de *push-out*, que possibilitaram a execução deste trabalho. Agradeço também a oportunidade de estágio na Dentística, que levou ao meu amadurecimento e me abriu as portas da pós-graduação;

Ao amigo e colega de república, César Arrais, por toda a amizade, companheirismo e ensinamentos. Agradeço também por ter trazido dos Estados Unidos o adesivo Brush&Bond, utilizado neste trabalho;

Aos amigos Débora e Murilo por terem se prontificado a me ajudar nas fotos que ilustram essa dissertação;

À Profa. Dra. Gláucia Maria Bovi Ambrosano, da disciplina de Bioestatística, e à doutoranda da área de Dentística, Vanessa Arias, pela ajuda na análise estatística deste trabalho;

Ao amigo Dario por me receber em seu apartamento em São José dos Campos durante a minha estadia naquela cidade;

À Priscila, amiga desde a época da graduação em Montes Claros e uma das grandes responsáveis pela minha vinda para Piracicaba;

Aos professores e colegas do curso de Odontologia da Unimontes pela convivência, aprendizado e incentivo durante o período de graduação;

Às amigas Ana Paula e Cristina, pelo companheirismo e força no momento de maior dificuldade nesta caminhada;

Aos professores da área de Dentística, Prof. Dr. José Roberto Lovadino, Prof. Dr. Luís Alexandre M. S. Paulillo, Profa. Dra. Gisele M. Marchi Baron, Prof. Dr. Marcelo Giannini e Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, pelos ensinamentos durante o curso de mestrado;

Aos colegas do curso de mestrado em Dentística, Cláudia, Fernanda, Thiago e Leonardo, e aos demais colegas da área de Dentística, incluindo os que por aqui passaram, Ricardinho, Grace, Celso, Fabinho, Alessandra, André Carioca, Denise, César, Vanessa Cavalli, Vanessa Ruiva, Jansen, Marcelo Santista, Andréa, Larissa Cavalcante, Larissa Fragoso, Cristina, Ana Paula, Vanessa Bueno, Cristiane, dentre outros, pela convivência e ajuda nos momentos mais difíceis;

Aos professores que participaram da minha banca de qualificação, Profa. Dra. Gisele M. Marchi Baron, Prof. Dr. André Figueiredo Reis e Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, pelas valiosas contribuições para este trabalho;

Aos meus amigos de república Marcelo Santista, Jansen, Bruno Gurgel, César Arrais, Paulo Simamoto, Caio, Bernardo e Ricardinho, pela convivência, companheirismo e por se tornarem a minha família em Piracicaba;

Aos meus companheiros neste último ano de mestrado e colegas de orientação, Murilo e Paulo Vinícius, por todo apoio e momentos de descontração proporcionados;

Aos funcionários da Área de Dentística, Fernanda Pedro Justino, pela atenção dispensada e disponibilidade em ajudar;

Aos meus amigos de Montes Claros e a todas as pessoas que participaram, contribuindo para a realização deste trabalho, direta ou indiretamente, meu agradecimento.

“No meio do caminho tinha uma pedra
tinha uma pedra no meio do caminho
tinha uma pedra
no meio do caminho tinha uma pedra.

Nunca me esquecerei desse acontecimento
na vida de minhas retinas tão fatigadas.
Nunca me esquecerei que no meio do caminho
tinha uma pedra
tinha uma pedra no meio do caminho
no meio do caminho tinha uma pedra.”

Carlos Drummond de Andrade

RESUMO

Sistemas de união convencionais de dois passos e autocondicionantes de passo único podem ser incompatíveis com cimentos resinosos duais quando estes não são fotoativados. Os objetivos deste trabalho foram avaliar em três diferentes profundidades (terços cervical, médio e apical): (1) o grau de conversão do cimento resinoso RelyX ARC fotoativado através de dois pinos intra-radulares com diferentes graus de translucidez, o pino de fibra de quartzo translúcido Light-Post (LP) e o pino de fibra de carbono envolto por fibra de quartzo Aestheti-Post (AP); (2) a resistência de união a *push-out* destes dois pinos e a influência do procedimento adesivo, utilizando um ativador químico ou a aplicação adicional de uma resina adesiva mais hidrófoba, sobre a retenção destes ao canal radicular. Para a mensuração do grau de conversão, foram confeccionadas matrizes de silicone de adição simulando canais radiculares. Os pinos, cinco de cada, foram “cimentados” nestas matrizes e, após a fotoativação, estes foram removidos para a leitura do espectro do cimento resinoso através do espectrômetro FT-Raman. O cálculo do grau de conversão foi realizado através da análise da mudança na proporção entre as alturas dos picos das ligações duplas de carbono alifática e aromática. Os dados foram submetidos a ANOVA um fator com parcela sub-dividida e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Apenas no terço médio o cimento resinoso apresentou maior grau de conversão quando fotoativado através do pino LP em relação ao AP. Para LP, o grau de conversão do cimento nos terços cervical e médio não diferiu estatisticamente, sendo inferior no terço apical. Já para AP, não houve diferença estatisticamente significativa entre os terços apical e médio, que apresentaram graus de conversão inferiores ao terço cervical. Para a segunda proposição, foram utilizadas sessenta raízes de incisivos bovinos para avaliar a retenção dos pinos, sendo alocadas dez para cada procedimento adesivo: PB (Prime&Bond 2.1), PB + SC (Self-cure activator), PB + SBM (adesivo do sistema Scotchbond Multi-purpose), BB (Brush&Bond), BB + CAT (catalisador químico) e BB + SBM. Para cada procedimento adesivo, foram utilizados os pinos LP e AP (n=5). Após tratamento endodôntico e cimentação dos pinos com cimento resinoso RelyX ARC, as raízes foram seccionadas no sentido mesio-distal de forma a obter duas secções terço, uma para o ensaio de *push-out* e outra para análise das interfaces de

união em MEV. O teste *push-out* foi realizado em máquina de ensaio EMIC a uma velocidade de 0,5 mm/min. O padrão de fratura das amostras foi avaliado em estereomicroscópio e classificado em: tipo 1- interface cimento/pino, tipo 2 - mista e tipo 3 - interface cimento/dentina. A análise estatística dos dados foi feita através de ANOVA dois fatores com parcela sub-dividida e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Não houve diferença estatisticamente significativa entre as médias dos dois pinos. O terço apical apresentou os menores valores de retenção e não houve diferença estatisticamente significativa entre os terços médio e cervical. Para os dois sistemas adesivos, PB e BB, a utilização da resina adesiva hidrófoba SBM aumentou a retenção dos pinos. Já a utilização dos catalisadores SC e CAT não alterou os valores de resistência de união por *push-out*. Entretanto, não houve diferença estatística entre a utilização dos catalisadores e a aplicação da resina adesiva SBM.

Palavras-chave: Cimentação, Materiais Dentários, Endodontia.

ABSTRACT

Two-step etch-and-rinse and one-step self-etching bonding systems may be incompatible with dual-cured resin cements when these are not photoactivated. The aims of this study were to assess the following, at three different depths (cervical, middle and apical thirds): (1) the degree of conversion of the resin cement RelyX ARC, photoactivated through two intra-radicular posts with different degrees of translucence, the translucent quartz fiber-post Light-Post (LP) and the quartz-coated-carbon-fiber post Aestheti-Post (AP); (2) the push-out bond strength of these posts and the influence of the adhesive procedure, using a chemical co-initiator or an additional coat of a more hydrophobic bonding resin, on their retention in the root canal. In order to measure the degree of conversion, polyvinylsiloxane matrices were confected to simulate root canals. The posts, five of each one, were cemented in these matrixes and, after photoactivation, these were removed for reading the resin cement spectrum with the FT-Raman spectrometer. The degree of conversion calculation was made by analyzing the changes in the ratio between the heights of the peaks of aliphatic and aromatic carbon double bonds. Data were submitted to the split-plot ANOVA one-way and Tukey test. The resin cement presented the highest degree of conversion only in the middle third, when photoactivated through the LP post in comparison with AP. For LP, cement degree of conversion in the cervical and middle thirds did not differ statistically, being inferior in the apical third. Whereas for AP, there was no difference statistically significant between the apical and middle thirds, which presented degrees of conversion inferior to that of the cervical third. For the second proposition, sixty bovine incisor roots were used to assess post retention, ten roots were used for each adhesive procedure: PB (Prime&Bond 2.1), PB + SC (Self-cure activator), PB + SBM (Scotchbond Multi-purpose system adhesive), BB (Brush&Bond), BB + CAT (chemical catalyzer) and BB + SBM. For each adhesive procedure, the LP and AP posts were used (n=5). After endodontic treatment and cementing the posts one with RelyX ARC resin cement, the roots were mesio-distally sectioned to obtain two sections per third, one for the push-out test and one for SEM analysis of the bonded interfaces. The push-out test was performed in an EMIC test machine at a crosshead speed of 0.5 mm/min. The failure

mode of the specimens was analyzed under a stereomicroscope and classified as follows: Type 1- cement/post interface, Type 2 - mixed and Type 3 - cement/dentin interface. Data were statistically analyzed by split-plot ANOVA two-way and Tukey test ($\alpha=0.05$). There was no difference statistically significant between the mean values of the two posts. The apical third presented the lowest retention values, and there was no difference statistically significant between the middle and cervical thirds. For the two adhesive systems, PB and BB, the use of hydrophobic adhesive resin SBM increased post retention. Whereas the use of SC and CAT catalyst did not alter the push-out bond strength values. Nevertheless, there was no statistical difference between the use of the catalysts and the application of SBM adhesive resin.

Keywords: Cementation, Dental Materials, Endodontics.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	5
2.1 Evolução dos sistemas de união.....	5
2.2 Cimentos resinosos – polimerização.....	13
2.3 Incompatibilidade - adesivos simplificados e compósitos que apresentam ativação química.....	23
2.4 Pinos intra-radiculares – cimentação.....	31
3 PROPOSIÇÃO.....	37
4 MATERIAIS E MÉTODO.....	39
4.1 Mensuração do grau de conversão do cimento resinoso.....	39
4.1.1 Preparo das amostras.....	40
4.1.2 Leitura do grau de conversão.....	43
4.2 Ensaio de resistência de união por <i>push-out</i>	47
4.2.1 Tratamento endodôntico e preparo do canal para receber o pino.....	50
4.2.2 Procedimentos adesivos.....	52
4.2.3 Cimentação dos Pinos.....	53
4.2.4 Preparo das amostras para o teste de <i>push-out</i>	54
4.2.5 Ensaio de <i>push-out</i>	56
4.2.6 Análise do padrão de fratura.....	57
4.2.7 Microscopias das interfaces de união.....	57
4.2.8 Análise Estatística.....	59
5 RESULTADOS.....	61
6 DISCUSSÃO.....	69
7 CONCLUSÕES.....	83
REFERÊNCIAS.....	85
ANEXOS.....	105

1 INTRODUÇÃO

O primeiro relato de união confiável à dentina foi feito por Nakabayashi et al. (1982), sendo esta união relacionada à retenção micromecânica proporcionada pela infiltração dos monômeros resinosos por entre as fibrilas de colágeno da dentina desmineralizada. Kanca (1992) encontrou um aumento significativo dos valores de união à dentina quando esta era mantida úmida após a lavagem do ácido utilizado no condicionamento do substrato. A partir deste trabalho, somado ao desenvolvimento de monômeros hidrófilos, foi introduzida a técnica de adesão úmida. Nesta, a dentina é condicionada com um ácido (geralmente o fosfórico), lavada, mantida úmida e sobre essa é aplicado um *primer*, que melhora o molhamento do substrato e facilita a co-polimerização com a resina adesiva hidrófoba. Essa técnica, constituída de três passos clínicos, levou ao aumento considerável dos valores de união à dentina em relação às técnicas adesivas anteriores, que preconizavam a secagem da dentina (Tay & Pashley, 2003a). Posteriormente, os fabricantes passaram a disponibilizar o *primer* e o adesivo em um mesmo frasco, reduzindo a técnica para apenas dois passos. Entretanto, a manutenção de uma condição ótima de umidade para uma adesão eficiente é difícil de ser alcançada nesta técnica (Ozok *et al.*, 2002).

Buscando facilitar a técnica adesiva, foi aumentada a concentração de monômeros ácidos (iônicos) no *primer*, novamente separado do adesivo, tornando-o autocondicionante e eliminando a etapa de condicionamento ácido prévio (Watanabe *et al.*, 1994). Nesses sistemas de união, o *primer* condiciona e infiltra a dentina desmineralizada simultaneamente e, após isso, é aplicado o adesivo. Para simplificar ainda mais a técnica adesiva, surgiram os sistemas autocondicionantes de passo único, em que as três etapas do processo de união são executadas simultaneamente (Rosa & Perdigão, 2000). Entretanto, a simplificação da técnica de aplicação dos sistemas adesivos trouxe alguns inconvenientes. Além do aumento da propensão à degradação hidrolítica, em função da maior hidrofília, esses sistemas adesivos demonstraram ser incompatíveis com compósitos de ativação química.

Sanares *et al.* (2001) demonstraram que havia uma redução dos valores de resistência de união, proporcional à acidez do sistema, quando resinas compostas de ativação química eram aplicadas sobre adesivos convencionais (com condicionamento ácido prévio) de dois passos. Segundo os autores, essa incompatibilidade deve-se à presença de monômeros resinosos ácidos residuais na camada adesiva não polimerizada pela inibição do oxigênio e que reagiriam com a amina terciária da resina composta. Com isso, a amina seria neutralizada, não podendo assim reduzir o peróxido de benzoíla na reação redox, responsável pela polimerização do compósito. Essa mesma incompatibilidade ocorre também e em maior proporção com os adesivos autocondicionantes de passo único (Tay *et al.*, 2003c). A ausência de polimerização do compósito próximo à interface adesiva cria uma área susceptível à propagação de fraturas que resulta em menores valores de resistência de união. Buscando solucionar esse problema, alguns fabricantes adicionaram ativadores de reação química aos sistemas de união convencionais de dois passos e autocondicionantes de passo único (Cheong *et al.*, 2003, Tay *et al.*, 2003c). Esses ativadores contêm catalisadores ternários, como sulfinato de sódio aromático e sais derivados do ácido ascórbico e do ácido barbitúrico, que reagem com os monômeros ácidos para produzir os radicais livres fenil ou sulfonil benzeno, que por sua vez iniciam a reação de polimerização dos compósitos de ativação química (Ikemura & Endo, 1999).

Entretanto, a incompatibilidade química é apenas parcialmente responsável pela redução dos valores de união quando se utiliza sistemas adesivos simplificados (dois passos para os convencionais e um passo para os autocondicionantes) e os compósitos ativados quimicamente. Tay *et al.* (2001) observaram que quando compósitos de ativação física eram deixados em contato com adesivos autocondicionantes de passo único por tempos prolongados previamente à sua fotoativação, simulando assim a mais lenta reação de polimerização dos compósitos ativados quimicamente, também ocorria uma redução dos valores de união. Isso se deve ao fato que esses sistemas de união tornam-se membranas semi-permeáveis após a sua polimerização, permitindo a passagem de água (Tay *et al.*, 2002b). O mesmo fenômeno ocorre também com os adesivos convencionais de dois passos (Tay *et al.*, 2003c). Dessa forma, quando o tempo decorrido entre a inserção do compósito e a sua polimerização é grande, ocorre a passagem de água da dentina para interface

adesivo/compósito por pressão osmótica, devido a diferenças na concentração de eletrólitos entre esses dois meios (Tay *et al.*, 2003a). Isso leva à formação de bolhas de água na interface adesivo/compósito que podem propagar tensões, reduzindo a resistência de união (Tay *et al.*, 2003b).

Uma das situações em que a incompatibilidade entre sistemas de união simplificados e compósitos de ativação química se faz presente é durante a cimentação de pinos intra-radulares. Exceto para a utilização de um cimento resinoso auto-adesivo, os cimentos resinosos usados tradicionalmente requerem a sua utilização associada a um sistema de união (Carvalho *et al.*, 2004). Nesses casos, apesar da pressão pulpar positiva estar ausente em dentes tratados endodonticamente, essa incompatibilidade pode ser manifestada tanto pela interação química quanto pela permeabilidade do adesivo. Chersoni *et al.* (2005) observaram a passagem de água através da camada adesiva polimerizada em dentes tratados endodonticamente quando utilizou sistemas de união simplificados.

Nos procedimentos de cimentação de pinos intra-radulares, cimentos resinosos de ativação dupla vêm sendo utilizados em detrimento aos de ativação exclusivamente química por possibilitar um maior tempo de trabalho (Braga *et al.*, 2002). Entretanto, Pfeifer *et al.* (2003) demonstraram que, na ausência da fotoativação, os cimentos duais também estão sujeitos aos efeitos da incompatibilidade com sistemas de união simplificados. Isso ocorre nas regiões mais apicais do canal radicular onde a luz do aparelho fotopolimerizador não é efetiva em desencadear a porção de ativação física da reação de polimerização. Nesse contexto, a utilização de pinos translúcidos poderia aumentar o grau de conversão dos cimentos duais, através da transmissão de luz a essas regiões, reduzindo os efeitos da incompatibilidade. Roberts *et al.* (2004) demonstraram que o pino de fibra de vidro Luscent Anchors foi efetivo em aumentar os valores de dureza do compósito Z-100 em profundidades mais distantes da fonte de luz.

Estudos recentes têm demonstrado que o principal mecanismo de retenção dos pinos ao canal radicular não é adesivo, mas de natureza friccional (Goracci *et al.*, 2005; Pirani *et al.*, 2005; Cury *et al.*, 2006). Assim, uma boa retenção dos pinos de fibra de vidro parece ser dependente do grau de conversão do cimento resinoso, o que irá influenciar nas suas propriedades mecânicas e na sua interação com o sistema adesivo utilizado. Tendo isso

em mente, a mensuração do grau de conversão do cimento resinoso e a avaliação do efeito do procedimento de união sobre a retenção representam aspectos importantes que podem auxiliar na determinação de um protocolo de cimentação para pinos intra-radiculares.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Evolução dos sistemas de união

Buonocore (1955), a partir da observação que a indústria utilizava ácidos para tratar a superfície de metais previamente à aplicação de tintas, buscou empregar o mesmo mecanismo para aderir resina acrílica ao substrato dental. Ao condicionar o esmalte dental com ácido oxálico a 10% ou ácido fosfórico a 85%, ele observou um aumento considerável da retenção da resina acrílica, principalmente para a segunda solução. Isto se devia ao aumento da área de superfície e da molhabilidade desta, proporcionada pelo condicionamento ácido, o que levava a um contato mais íntimo entre a resina e o esmalte. O processo de união foi descrito como um fenômeno puramente micro-mecânico, produzido pela penetração da resina por entre os espaços criados pelo condicionamento ácido para formar *tags* resinosos (Buonocore, 1958). Desde então, os princípios e o mecanismo de união ao esmalte dental ficaram bem estabelecidos e os resultados bastante previsíveis.

Devido ao sucesso obtido na adesão ao esmalte condicionado, o mesmo procedimento foi pensado para adesão ao substrato dentinário. A primeira tentativa foi de se unir uma resina à base de ácido glicerofosfórico dimetacrilato à dentina condicionada por 1 minuto com ácido clorídrico a 7% (Buonocore, 1956). Acreditava-se que o mecanismo de união ocorria devido à interação química entre molécula bifuncional da resina e os íons cálcio da hidroxiapatita. Inicialmente, o procedimento de condicionamento ácido dobrou os valores de união, entretanto estes eram drasticamente reduzidos após armazenagem em água. Outra tentativa foi aplicar uma solução de N-fenil-glicine glicidilmetacrilato (NPG-GMA) a 5% em etanol à superfície dentinária previamente à inserção de uma resina à base de metacrilato (Bowen, 1965). NPG-GMA é uma molécula bifuncional e acreditava-se que uma de suas terminações se uniria à dentina enquanto a outra aderiria à resina composta. Entretanto, os valores de resistência de união também foram desapontadores. Foi ainda tentada a utilização de cianocrilatos como agente adesivo dentinário previamente à utilização da resina composta (Causton & Johnson, 1981). A hidrólise do ácido glicerofosfórico dimetacrilato, a instabilidade do NPG-GMA e os

problemas de polimerização dos cianocrilatos condenaram a utilização clínica desses sistemas de união (Joynt *et al.* 1991).

No final da década de 70, surgiram novos adesivos dentinários à base de ésteres halofosfonados ou poliuretanos que eram adicionados às resinas Bisfenol-A glicidil dimetacrilato (Bis-GMA) e hidroxietil metacrilato (HEMA) (Albers, 1990; Joynt *et al.* 1991). O mecanismo de união desses sistemas adesivos era atribuído à ligação iônica através dos grupos fosfato da resina, carregados negativamente, e os íons cálcio positivos presentes na dentina. Já o poliuretano formava ligações covalentes com o grupo hidroxil tanto com a fase orgânica quanto inorgânica da dentina. Essa geração de sistemas adesivos também apresentou baixos valores de resistência de união. É importante salientar que o adesivo era aplicado sobre a lama dentinária, que não recebia nenhum tratamento prévio nessa geração de adesivos. Ao se analisar o padrão de fratura das amostras após os testes de união, verificava-se a presença da lama dentinária tanto do lado da dentina quanto da resina (Tao *et al.*, 1988). Ou seja, o que se estava realmente avaliando era a resistência coesiva da lama dentinária. Com isso ficou claro que para se obter valores de resistência de união satisfatórios esta teria que ser removida ou modificada.

A geração seguinte dos sistemas adesivos dentinários preconizava a remoção parcial da lama dentinária ou a sua modificação através do condicionamento da dentina com *primers* ácidos (Kugel & Ferrari, 2000). Esses *primers*, que continham monômeros hidrófilos como o 4-metacriloxi-etil-trimetilato-anidrido (4-META) e bifenil-dimetacrilato (BPDm), abriam parcialmente os túbulos dentinários e aumentavam a permeabilidade da dentina. A idéia era que o componente hidrófilo do *primer* se uniria à dentina enquanto a porção hidrófoba se ligaria à resina. As avaliações laboratoriais e clínicas destes sistemas mostraram uma grande evolução em relação aos sistemas anteriores. Entretanto, havia relatos que a resina hidrófoba não conseguia penetrar através da lama dentinária, além da adesão desta à dentina ser muito fraca (Tao *et al.*, 1988). Outra opção tentada foi a substituição da lama dentinária por uma camada cristalina. Sais metálicos de oxalato foram utilizados como agente quelante que condicionava a dentina e ao mesmo tempo obliterava os túbulos dentinários com material cristalino, mas os resultados também foram insatisfatórios (Bowen *et al.*, 1982).

O passo seguinte nos procedimentos de união à dentina foi a remoção total da lama dentinária. O primeiro relato de sucesso obtido no condicionamento ácido da dentina como estratégia de união ocorreu em 1979 com o trabalho de Fusayama *et al.* Os autores demonstraram que os valores de união à dentina eram aumentados significativamente quando este substrato era condicionado com ácido fosfórico a 40% por 60 segundos. Como esse procedimento também era preconizado para a união ao esmalte, essa técnica ficou conhecida como técnica do condicionamento ácido total, ou seja, condicionamento da dentina e do esmalte simultaneamente. Os autores preconizavam, nessa técnica, a remoção da dentina cariada externa, não re-mineralizável, mantendo a dentina afetada por cárie, que não era infectada e podia ser re-mineralizada ao mesmo nível da dentina normal. Entretanto, a concentração do ácido fosfórico e o tempo utilizados eram demasiados o que sobre-condicionava a dentina, resultando no colapso das fibrilas colágenas (Kugel & Ferrari, 2000).

O primeiro mecanismo de adesão dentinário confiável ao tecido dentinário foi descrito por Nakabayashi *et al.* (1982). O sistema era baseado no uso da resina 4-META/metil metacrilato e tri-n-butil borano (MMA-TBB) após o condicionamento da superfície dentinária com uma solução de ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3% (solução 10-3). Os autores observaram que a solução removia a lama dentinária e desmineralizava a dentina intertubular subjacente em até 5 µm. O cloreto férrico mantinha as fibrilas colágenas num estado expandido, permitindo que os monômeros resinosos penetrassem através destas e se polimerizassem. Essa nova estrutura foi denominada de camada híbrida, sendo essa união micro-mecânica responsabilizada pelos altos valores de união obtidos por essa técnica.

Kanca (1992) avaliou se a condição de umidade do substrato dentinário após o seu condicionamento com ácido fosfórico a 10% influenciaria nos valores de resistência de união. Os resultados mostraram que os valores de união aumentaram significativamente quando o substrato foi mantido úmido após a lavagem do ácido com água. Posteriormente foi demonstrado que a presença da água impede o colapso das fibrilas colágenas, mantendo-as em um estado expandido e possibilitando a penetração dos monômeros resinosos para a formação da camada híbrida (Nakabayashi & Pashley, 1998). Entretanto,

essa penetração dos monômeros resinosos na dentina úmida só foi possível em função da presença do primer hidrófilo HEMA-água (Tay & Pashley, 2003). A partir deste trabalho de Kanca (1992), foi introduzido o conceito de técnica de adesão úmida. Os procedimentos de união nessa técnica consistiam inicialmente de três passos. No primeiro passo, o substrato dentinário era condicionado com ácido fosfórico em uma concentração que variava de 30 a 40%. Em seguida, o ácido era removido da cavidade através de lavagem com água e apenas o excesso desta água era removido, mantendo a dentina úmida para a posterior aplicação do primer ambifílico. Essa solução apresenta monômeros hidrófilos, que contêm grupos funcionais hidrófilos (-OH) e iônicos (ácidos; -COOH) para aumentar a sua adesão ao substrato dentinário úmido, e grupos metacrilatos para união ao adesivo hidrófobo aplicado no terceiro passo da técnica (Eick *et al.*, 1997). A classificação de hidrofilicidade de um monômero é baseada na sua capacidade em absorver água, sendo dependente do tipo de grupo funcional, iônico ou polar, e da extensão da sua cadeia. Em um ambiente de umidade a 100%, é considerado hidrófilo o monômero que absorve mais de 10%, em relação ao seu peso, de água (Zaikov *et al.*, 1988).

Buscando reduzir o número de passos clínicos no procedimento adesivo, o passo seguinte foi a incorporação do *primer* e do adesivo em uma mesma solução, nos sistemas denominados de “frasco único”. Essa solução apresenta tanto monômeros hidrófilos quanto hidrófobos dissolvidos em solventes que podem ser acetona, etanol-água ou água. Entretanto, tanto para os sistemas que empregam três passos de adesão com nos que utilizam dois passos, é difícil definir qual a umidade ideal a fim de se otimizar os valores de resistência de união (Tay & Pashley, 2003a). O excesso de umidade leva à separação de fases da solução *primer* ou *primer-adesivo* nos sistemas à base de acetona e a diluição dos componentes resinosos em adesivos que possuem a água como solvente ou co-solvente (Tay *et al.*, 1996a). Além disso, o excesso de água impede a formação de *tags* resinosos, uma vez que os monômeros resinosos passam a disputar espaço dentro dos túbulos dentinários com essa água (Tay *et al.*, 1996b). Por outro lado, a escassez de água leva à diminuição dos espaços interfibrilares e, como consequência, à pobre infiltração dos monômeros resinosos para a formação da camada híbrida (Tay *et al.*, 1996b).

Salienta-se que essa umidade ótima é dependente do tipo de solvente utilizado, ou seja, a umidade que é considerada ideal para um adesivo à base de acetona, por exemplo, não o é quando o solvente utilizado é o etanol (Reis *et al.*, 2003). Clinicamente, é extremamente difícil obter uma umidade ótima e uniforme em toda a extensão de uma cavidade preparada. A permeabilidade dentinária e a umidade intrínseca são variáveis em diferentes regiões do dente. Em um preparo MOD, por exemplo, haverá diferenças entre a quantidade de água presente nas paredes pulpar, axial e gengival em função de diferenças na condutância hidráulica entre a dentina superficial e profunda (Fogel *et al.*, 1988; Ozok *et al.*, 2002). Outra variação que pode ocorrer em um preparo é a presença de dentina esclerótica ou afetada por cárie, em que os túbulos dentinários estão parcial ou totalmente obliterados. Assim, em uma única cavidade haverá áreas com excesso de umidade e outras com escassez, levando a uma união não uniforme.

Diante dessa sensibilidade na técnica de adesão úmida, surgiram no mercado, no início dos anos 90, os sistemas de união autocondicionantes, que dispensam a etapa de condicionamento prévio do substrato com ácido fosfórico e, por consequência, o controle da umidade após a lavagem deste. Ainda no fim da década de 80, Inagaki *et al.* (1989) criaram alguns *primers* experimentais a partir da diluição de dicarbonatos ou de seus sais esterificados em soluções de HEMA a 5 ou 35%. Os autores observaram forte correlação entre o pH destas soluções com os valores de dureza Vicker da dentina tratada com esses *primers*. Hasegawa *et al.* (1989) não encontraram diferença na formação de fendas em restaurações de resina compostas quando compararam a dentina condicionada com 0,05 M de EDTA com a tratada com *primers* contendo um dos seguintes monômeros ácidos: Metacriloxi-etil succinato (MES), fosfato dimetacrilato (DMEP), ácido sulfônico butilacrilamida terciária (TBAS) e 4 META.

Entretanto, o primeiro sistema de união autocondicionante efetivo só surgiu a partir da utilização do monômero resinoso ácido 2-metacriloxietil-fenil hidrogênio fosfato (Phenyl-P). Esse monômero já havia sido utilizado previamente na concentração de 5% em um sistema adesivo à base de MMA, ativado por TBB, e demonstrou boa capacidade de difusão através da dentina desmineralizada por uma solução 10-3 (Wang & Nakabayashi, 1991). O aumento da concentração de Phenyl-P a níveis superiores a 20% levou ao

desenvolvimento de *primers* autocondicionantes que podiam ser utilizados sobre a dentina preparada, coberta com lama dentinária, a fim de obter bons valores de resistência de união (Watanabe *et al.*, 1994). Esse aumento na concentração de Phenyl-P foi tentado tanto em soluções com HEMA ou com o monômero gliceril metacrilato (GM), demonstrando em ambas as combinações bons resultados de resistência de união (Chigira *et al.*, 1994). Mas foi o primer autocondicionante contendo Phenyl-P a 20 % e HEMA a 30%, solução 20P-30H, que obteve os melhores resultados (Nakabayashi & Sami, 1996). Essa solução demonstrou ser capaz de criar canais de difusão através da lama dentinária e dentina subjacente e permitir a difusão dos monômeros dentro do substrato dentinário, sendo a camada híbrida formada resistente ao tratamento com ácido clorídrico e hipoclorito de sódio, o que sugeria uma união estável ao tecido dentinário (Nakabayashi & Saimi, 1996).

Outros monômeros resinosos ácidos foram desenvolvidos ao longo dos anos para serem utilizados em sistemas de união autocondicionantes. Em geral, esses monômeros são moléculas bifuncionais que contêm os seguintes componentes: um grupo polimerizável que pode reagir com outros monômeros do adesivo ou da resina composta por co-polimerização, um grupo ácido capaz tanto de condicionar o substrato dental como de interagir com ele e um grupo “espaçador” que exerce influência sobre as propriedades de solubilidade, flexibilidade e molhamento do monômero adesivo (Moszner *et al.*, 2005).

Inicialmente, os sistemas de união autocondicionantes eram compostos por um *primer* autocondicionante que condicionava o substrato dental e o preparava para receber o adesivo propriamente dito, uma resina adesiva hidrófoba. Assim, a técnica possuía dois passos de aplicação. Buscando simplificar ainda mais o procedimento adesivo, a ESPE (Seefeld, Alemanha) desenvolveu, em 1998, o primeiro sistema adesivo autocondicionante de passo único, denominado de Prompt-L-Pop (Rosa & Perdigão, 2000). Nesses sistemas, também chamados de “all-in-one” (todos em um), os monômeros hidrófobos e o sistema de polimerização são incorporados ao *primer* autocondicionante.

Quimicamente, os monômeros resinosos ácidos podem apresentar, no grupo funcional ácido, os grupamentos fosfóricos [-O-P-(OH)(OR)], sulfônico (-SO₃H) e carboxílico (-COOH) (Suh *et al.*, 2003). Os grupamentos fosfóricos são gerados através da reação do oxidocloreto de fósforo (POCl₃) com o grupamento hidroxila (OH) do

metacrilato (Mozner *et al.*, 2005). Exemplos de monômeros ácidos com o grupo funcional fosfórico são Phenyl-P, 10-metacriloxidecil di-hidrogênio fosfato (10-MDP), glicerofosfato dimetacrilato (GPDM), e monofosfato de dipentaeritritol pentacrilato (PENTA). Já o monômero resinoso ácido 2-acriloamido-2-metilpropano ácido sulfônico (AMPS) possui o grupamento sulfônico. Entre os monômeros ácidos derivados do ácido carboxílico estão 10-metacriloxidecil ácido malônico (10-MAC) e 4-META.

A acidez produzida por esses grupamentos ácidos possui grande importância nas características da união formada por esses sistemas adesivos autocondicionantes. O primeiro passo no condicionamento do substrato é a penetração do sistema através da lama dentinária, que pode variar de espessura dependendo da forma como foi gerada (Semeraro *et al.*, 2006). A capacidade tampão dessa lama dentinária, que é incorporada à camada híbrida, pode, em alguns casos, neutralizar a acidez do *primer* (ou do *primer*/adesivo) antes que ele alcance o tecido dental subjacente, comprometendo a união (Tani & Finger, 2002). Sob esse aspecto, os sistemas adesivos convencionais, que utilizam o condicionamento ácido prévio, são mais previsíveis em função da maior acidez do ácido fosfórico, não sofrendo grande influência das características da lama dentinária (Kenshima *et al.*, 2005). Entretanto, essa menor efetividade de condicionamento dos sistemas autocondicionantes é mais crítica no substrato adamantino que, em virtude do seu maior conteúdo mineral, possui também uma maior capacidade em neutralizar a acidez do *primer*/adesivo (Moura *et al.*, 2006).

Em relação à acidez, os sistemas autocondicionantes podem ser divididos em fortes, que apresentam pH menor do que 1, intermediários, em torno de 1,5, e moderados, aproximadamente 2 (Van Meerbeek *et al.*, 2005). Vale a pena lembrar que o pH do ácido fosfórico em gel, comumente utilizado com os sistemas convencionais, é de aproximadamente 0,1 (Bolhuis *et al.*, 2006). Na dentina condicionada por sistemas autocondicionantes classificados como moderados e intermediários, hidroxiapatita pode ainda permanecer sobre a superfície das fibrilas colágenas e unir-se quimicamente aos monômeros resinosos que apresentam o grupo funcional ácido carboxílico ou fosfórico (Yoshida *et al.*, 2004). Entretanto, essa união química parece contribuir muito pouco para os valores de união, aproximadamente 7%, sendo que a sua maior importância pode ser

atribuída à proteção das fibrilas colágenas de uma degradação hidrolítica, o que poderia prolongar a união (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

O pH dos sistemas autocondicionantes depende de fatores como a concentração de água, composição de co-monômeros e solventes, e da concentração e do tipo de monômero ácido utilizado (Salz *et al.*, 2006). A acidez dos monômeros ácidos é definida pela sua constante de dissociação (pKa). Os monômeros ácidos que apresentam o grupamento fosfórico possuem valores de pKa entre 7,0 e 7,3, que são comparáveis ao do ácido fosfórico. Já os monômeros derivados do ácido carboxílico apresentam valores de pKa variando de 4,3 a 4,8, ou seja, possuem uma menor acidez. O monômero resinoso ácido 4-META, que apresenta grupo funcional carboxílico, apresenta uma pKa de 4,8 que é aumentada em soluções contendo acetona (Salz *et al.*, 2006). O 4-META foi utilizado pela primeira vez como monômeros resinoso ácido em um sistema adesivo autocondicionante de um passo em 2001 (Finger & Ahlstrand, 2001). Esse adesivo experimental apresentou um pH de 2,2, sendo classificado como moderado, e formou uma camada híbrida de aproximadamente 1µm. Um sistema adesivo comercial de passo único que utiliza o 4-META como monômero ácido é o I-Bond, que possui um pH de 1,77, sendo um dos menos ácidos desse grupo de sistemas adesivos (Grégoire & Millas, 2005). Outro sistema de passo único que utiliza esse monômero em solução com acetona é o Brush&Bond (Parkell).

Os sistemas adesivos autocondicionantes geralmente utilizam água como solvente, por esta levar à dissociação iônica do grupo ácido do monômero ácido funcional, o que promove o condicionamento do substrato (Moszner *et al.*, 2005). Os sistemas de passo único apresentam água em maior concentração, o que lhes confere maior hidrofiliabilidade em relação ao sistema de dois passos (Inoue *et al.*, 2003). Entretanto, o excesso de água pode prejudicar a reação de polimerização do adesivo e resultar em um polímero com propriedades mecânicas reduzidas (Yiu *et al.*, 2005). A fim de diminuir o conteúdo de água residual, co-solventes como o etanol são adicionados à solução, formando uma mistura azeotrópica com a água e acelerando a sua volatilização. A acetona também pode ser utilizada como co-solvente. Entretanto, a sua rápida volatilização, além do fato de não formar um composto azeotrópico com a água, leva a uma rápida alteração na relação

água-acetona, podendo gerar separação de fases e precipitação dos componentes resinosos (Mozner *et al.*, 2005).

Diante da evolução e do estado atual dos sistemas de união, exposto anteriormente, Van Meerbeek *et al.* (2003) classificaram os sistemas adesivos em três grandes categorias: convencionais (etch-and-rinse), que são aqueles que requerem o condicionamento prévio do substrato, sendo o ácido removido antes da aplicação do adesivo; autocondicionantes e ionoméricos. Os ionômeros de vidro foram considerados como uma categoria de adesivos, pois, além de se unirem à dentina através de ligações iônicas (Yoshida *et al.*, 2000), são também capazes de interdifundirem através da dentina e estabelecer uma união micro-mecânica (Van Meerbeek *et al.*, 2001). Os adesivos convencionais são subdivididos em de três e dois passos de aplicação, sendo os últimos também denominados de “frasco único”, uma vez que o *primer* e o adesivo estão na mesma solução. Já os autocondicionantes são subdivididos em de dois passos de aplicação e de passo único. Os sistemas de união convencionais de dois passos e autocondicionantes de passo único são considerados sistemas simplificados, tendo em vista a redução do número de passos clínicos em relação aos outros sistemas de sua categoria.

De Munck *et al.* (2005) fizeram uma revisão sistemática dos valores obtidos pelas diferentes classes de sistemas de união em testes de microtração conduzidos pela equipe da qual fazem parte, em diferentes trabalhos. Tanto em esmalte como em dentina, os sistemas convencionais de três passos apresentaram os melhores resultados. Já os autocondicionantes de passo único tiveram os piores valores de resistência de união, independentemente do substrato avaliado. Em dentina, os autocondicionantes de dois passos não diferiram dos convencionais de dois passos. Entretanto, estes se comportaram melhor em esmalte, não diferindo dos convencionais de três passos. Esse mesmo comportamento também foi confirmado em estudos clínicos.

2.2 Cimentos resinosos - polimerização

Na busca por um material estético e durável, Raphael L. Bowen desenvolveu o monômero resinoso multifuncional Bisfenol glicidil dimetacrilato (Bis-GMA), sendo a

base da maioria das resinas compostas utilizadas nos dias de hoje (Bowen, 1962). O Bis-GMA (Figura 1) foi desenvolvido a partir da reação entre monômeros vinílicos e epóxicos, sendo uma molécula longa e rígida com duplas ligações de carbono reativas nas extremidades. As estruturas aromáticas no centro da molécula conferem rigidez e a longa separação entre os grupamentos reativos vinílicos aumenta a reatividade da molécula (Peutzfeldt, 1997). Os grupamentos hidroxila fazem com que o Bis-GMA apresente uma viscosidade elevada. Isto se deve ao fato de que as hidroxilas formam ligações de hidrogênio, o que aumenta a interação intermolecular do monômero, dificultando a sua mobilidade e o deslizamento entre as cadeias (Sideridou *et al.*, 2002).

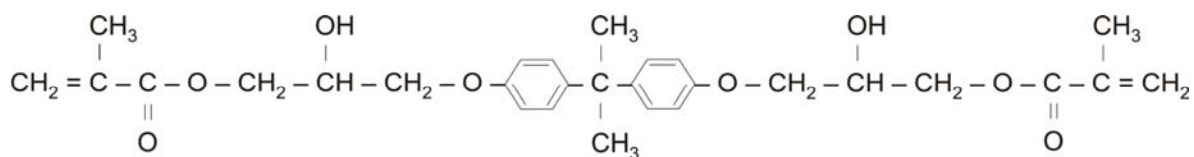


Figura 1 - Molécula de Bis-GMA

Em função desta elevada viscosidade, monômeros diluentes com menor peso molecular são adicionados aos compósitos para facilitar a suas características manipulativas, sendo o trietilenoglicol-dimetacrilato (TEGDMA) um dos monômeros mais utilizados para esta finalidade. O TEGDMA (Figura 2) é uma molécula linear relativamente flexível que também apresenta ligações insaturadas de carbono nas suas extremidades (Sideridou *et al.*, 2002). Esse monômero, além de funcionar como diluente, também melhora a polimerização e as propriedades físicas do compósito ao atuar como agente de ligação cruzada (Peutzfeldt, 1997).

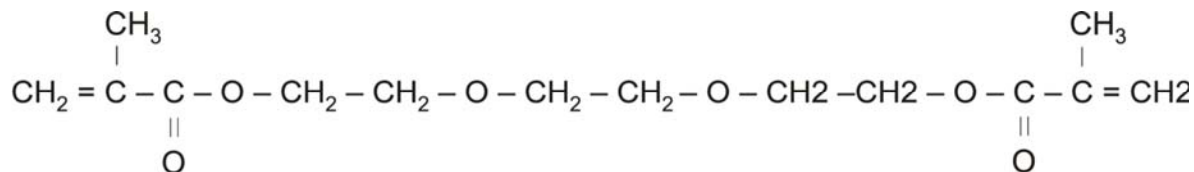


Figura 2 - Molécula de TEGDMA.

Nos cimentos resinosos a proporção de diluentes é aumentada com o objetivo de melhorar o escoamento do material. Entretanto, essa alteração na proporção monomérica também influencia outras propriedades do material. O aumento da concentração de TEGDMA leva a um maior grau de conversão do polímero, reduzindo a quantidade de monômeros residuais (Ferracane & Greener, 1986). Por outro lado, uma maior conversão resulta em aumento da contração de polimerização, seguido de maiores tensões sobre a interface de união com o substrato dental (Stansbury *et al.*, 2005). Há também um aumento da densidade de ligações cruzadas, reduzindo a sorção de água e o escoamento viscoso do material (Stansbury & Dickens, 2001b). O Quadro 1 apresenta algumas propriedades dos monômeros resinosos Bis-GMA e TEGDMA que irão influenciar nas características finais do polímero.

Quadro 1

Propriedades do Bis-GMA e TEGDMA

Monômeros	Peso Molecular (g/mol)	Viscosidade (Pa.s 25° C)	Contração de polimerização (% vol)	Grau de conversão (% máx)
Bis-GMA	512	1200	6,1	39
TEGDMA	286	0,011	14,3	76

Fonte: Corrêa, 2003.

Os primeiros cimentos resinosos foram utilizados na década de 70 para cimentação de coroas metálicas (Brukl *et al.*, 1985). Uma propriedade vantajosa dos cimentos resinosos é a sua capacidade de união ao tecido dental quando utilizados em associação com sistemas adesivos. Há pouco tempo foi lançado no mercado um cimento resinoso auto adesivo (RelyX Unicem – 3M ESPE) que dispensa a utilização prévia de sistemas de união (Carvalho *et al.*, 2004). Outras vantagens dos cimentos à base de resina em relação aos tradicionais cimentos de fosfato de zinco e ionoméricos são a sua menor solubilidade e as propriedades mecânicas superiores (White & Yu, 1993). Entretanto, a otimização dessas propriedades mecânicas é dependente do grau de conversão final destes cimentos após a polimerização (Braga *et al.*, 2005). Em geral, um aumento do grau de conversão leva a um aumento na dureza, na resistência flexural, no módulo de elasticidade e na resistência à tração diametral (Lovell *et al.*, 2001). O aumento dessas propriedades mecânicas depende também da formação e da densidade da rede polimérica, que não é equivalente ao grau de conversão (Ferracane, 1985).

A polimerização dos compósitos odontológicos se faz via reação do tipo vinílica, ou seja, ocorre através da abertura das duplas ligações de carbono e subsequente ligação das moléculas dos monômeros para formar uma rede polimérica tridimensional com ligações cruzadas inter-moleculares (Anusavice, 1998). A quebra das ligações duplas ocorre via radicais livres e gera novas espécies reativas que são responsáveis pela continuação da reação de polimerização. Este processo pode ser dividido em três fases: iniciação, propagação e terminação.

O início da reação, fase de iniciação, ocorre através da ativação de um agente que se quebra e forma um radical livre. Este radical é uma molécula com um nível de energia elevado, com um elétron não pareado na sua camada de valência, e pode levar este estado a outra molécula através de colisão (Fonseca, 2001). Ao reagirem com o radical livre, os monômeros têm um elétron extraído, tornando-se instáveis. Assim, eles procuram se unir a outros monômeros a fim de se estabilizarem, sendo essa fase chamada de propagação da reação (Anusavice, 1998). A propagação pode se seguir através de adição de novos monômeros, por ligação intra-molecular (ciclização) ou por ligação inter-molecular, também denominada de ligação cruzada (Andrzejewska, 2001). À medida que a reação se

processa, há a formação da rede polimérica e conseqüente diminuição da mobilidade do meio reacional, o que leva a uma redução na velocidade da reação (Sideridou *et al.*, 2002).

Outro fator importante neste processo é a rigidez do monômero. A molécula de Bis-GMA, por possuir uma estrutura rígida, não consegue girar e expor suas duplas ligações, o que é conhecido como impedimento estérico. Já o TEGDMA é uma molécula mais flexível que consegue se dobrar e reagir mais intensamente, principalmente quando a mobilidade do meio reacional está diminuída, sendo também a principal responsável pelas ligações de ciclização e cruzadas (Andrzejewska, 2001). A etapa de terminação da reação pode ocorrer através de duas formas: terminação bi-molecular ou transferência de cadeia. A terminação bi-molecular ocorre quando dois macrorradicais (cadeia com vários monômeros ligados e ativos) se encontram, podendo ocorrer uma combinação, na qual se forma uma cadeia longa, ou desproporcionamento, o que gera dois polímeros mortos, um com ligação insaturada e outro com ligação saturada. A transferência de cadeia ocorre quando um radical encontra um monômero e transfere o seu elétron para o mesmo. O monômero passa então a ser o radical enquanto que o radical vira um polímero morto (Andrzejewska, 2001).

Pode-se classificar os cimentos resinosos através da forma como ocorre a iniciação da polimerização. Dessa forma, eles podem ser classificados em ativados quimicamente, fotoativados ou de ativação dupla (cimentos duais), em que há uma combinação das duas formas anteriores de ativação. Nos sistemas de ativação química, a criação de radicais ocorre quando a amina, geralmente a N,N-dihidroxietil-p-toluidina, que é o acelerador, reage com o peróxido de benzoíla, iniciador, levando à quebra deste e à geração de radicais livres. Nos cimentos que utilizam este sistema de ativação, geralmente o acelerador encontra-se na pasta base e o iniciador na pasta catalisadora. Quando as duas pastas são misturadas, previamente ao procedimento de cimentação, ocorre o início da reação de polimerização. Uma das desvantagens dos sistemas quimicamente ativados é a ausência de controle sobre o tempo de trabalho, que é determinado pelas concentrações de inibidores de reação e pela proporção acelerador/iniciador fornecidos pelo fabricante do material.

Buscando superar essa limitação, foram criados os sistemas de ativação através de energia luminosa. Nesses sistemas fotoativados são empregados iniciadores

fotosensíveis, geralmente um α -1,2 dicetona como benzoin ou canforquinona, e uma amina terciária alifática como agente redutor, que pode ser dimetilaminoetil metacrilato (DMAEMA) ou dimetil-p-toluidina (DMPTI) (Watts, 2005). A maioria dos sistemas de fotoativação utiliza a canforquinona como fotoiniciador, sendo que essa molécula absorve a energia luminosa em um comprimento de onda de aproximadamente 470 nm (luz azul). Assim, a iniciação da reação ocorre quando a energia luminosa ativa a canforquinona, levando-a a um estado excitado denominado de tripleto. Neste estado ela combina-se com a amina terciária por colisão aleatória e forma um estado exciplexo. Neste estado, ela aceita um elétron da amina e forma um radical cetila, ao passo que a saída de um átomo de hidrogênio da amina resulta na formação radical amina (Watts, 2005). O radical cetila, derivado da canforquinona, é inativo e, geralmente, une-se a outro radical semelhante ou a uma cadeia em propagação, podendo levar à terminação da reação (Andrzejewska, 2001). Já o radical amina é responsável pela quebra da dupla ligação de carbono do monômero, o que dará início à reação de polimerização.

Como o desencadeamento da reação de polimerização ocorre via ativação da canforquinona pelos fótons, esta é dependente da densidade de potência e da distribuição espectral da luz que chega ao material (Musanje & Darvell, 2003). À medida que a luz penetra através do corpo do material, ocorre uma redução na quantidade de fótons que atinge a canforquinona em virtude da absorção e dispersão, causados principalmente pela carga inorgânica e outros aditivos presentes nos compósitos, o que compromete a profundidade de polimerização (Watts, 2005). Clewell (1941) descreveu uma fórmula para relacionar os fatores que interferem na dispersão da luz. Segundo a fórmula, a quantidade de dispersão da luz é inversamente proporcional ao índice de refração da matriz orgânica, ao índice de refração das partículas de carga, ao diâmetro dessas partículas e ao comprimento de onda da luz emitida. Outro dado importante é que o coeficiente de dispersão de fótons aumenta proporcionalmente ao grau de conversão do compósito (Chen *et al.*, 2005). Isso significa que a luz tem maior dificuldade em penetrar através da resina polimerizada.

Nos cimentos resinosos de dupla ativação, ou duais, a quantidade de luz que chega ao material também exerce influência sobre o seu grau de conversão final.

Harasahima *et al.* (1991) avaliaram o grau de conversão de cinco cimentos resinosos duais, utilizando espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR), e encontraram uma conversão de 59 a 75% quando o cimento não era exposto à luz. Esses valores foram inferiores aos encontrados para os cimentos que foram fotoativados, em que a conversão variou de 66 a 81%. Kumbuloglu *et al.* (2004) também encontraram uma redução do grau de conversão de cimentos resinosos duais quando estes não eram fotoativados. Caughman *et al.* (2001) avaliaram o grau de conversão, também através de FTIR, de seis cimentos resinosos duais e observaram que apenas os cimentos Choice (Bisco) e Variolink (Ivoclar-Vivadent) não apresentaram valores de conversão adequados quando não foram fotoativados. Ou seja, para os outros quatro cimentos avaliados, Calibra (Dentsply), Insure (Cosmedent), Lute-it! (Jeneric/Pentron) e Nexus (Kerr), o grau de conversão obtido na ausência de luz foi similar àquele alcançado quando eles foram fotoativados. Isto demonstra que o comportamento de polimerização dos cimentos resinosos duais difere entre marcas comerciais, provavelmente em função de variabilidade nas composições, viscosidade e concentrações de iniciador/acelerador, sendo que alguns cimentos duais são dependentes da fotoativação para alcançar um maior grau de conversão (El-Mowafy *et al.*, 1999).

Uma situação em que a fotoativação do cimento resinoso é extremamente prejudicada é na cimentação de pinos intra-radiculares. Sigemori *et al.* (2005) avaliaram a microdureza Knoop, método indireto de avaliar grau de conversão, de dois cimentos resinosos duais, Enforce (Dentsply) e RelyX ARC (3M ESPE), em corpos de prova com 14 mm de profundidade, buscando simular a profundidade do preparo de um canal radicular para receber um pino. As avaliações foram feitas em três profundidades, denominadas de superficial (próximo à fonte de luz), média e profunda. Os valores de dureza, para os dois cimentos, decaíram à medida que a mensuração era realizada mais distante da superfície, alcançando valores muito baixos na última profundidade avaliada. Isso demonstra que esses dois cimentos requerem a ativação da porção física (fotoativação) do sistema de polimerização para alcançar valores ótimos de conversão. Resultados semelhantes foram também encontrados para o cimento resinoso dual Variolink II. Quando utilizado na

cimentação de pinos intra-radiculares, este cimento resinoso apresentou valores de nanodureza inferiores no terço apical do canal radicular (Ceballos *et al.*, 2006).

A tentativa pioneira de levar a luz do aparelho fotopolimerizador para dentro do canal radicular, buscando aumentar o grau de conversão dos compósitos fotoativados, foi a introdução de pinos plásticos pelo sistema Luminex (Dentatus). Esse sistema foi criado com o objetivo de reforçar com resina composta fotoativada, em virtude da maior facilidade de inserção, raízes debilitadas previamente à inserção de pinos intra-radiculares metálicos. Os pinos são introduzidos no canal para a fotoativação do compósito e após isso são removidos, uma vez que não se aderem à resina composta. Lui (1994) observou que a profundidade de polimerização de uma resina composta aumentou em até três vezes, alcançando 11 mm, quando o pino Luminex foi utilizado, sendo esse aumento proporcional ao diâmetro do pino.

Pinos de fibra de vidro translúcidos também foram lançados no mercado com o objetivo de aumentar a conversão do adesivo e do cimento dual utilizados na cimentação, numa técnica que foi denominada de “*one shot*”, tiro único (Martelli, 2000). Yoldas & Alaçam (2005) conseguiram uma profundidade de polimerização de 10 mm com a fotoativação de uma resina composta através do pino FRC Postec (Ivoclar-Vivadent), sendo que até 8 mm os valores de dureza foram semelhantes aos alcançados com o pino plástico Luminex. Entretanto, os valores de microdureza na profundidade de 10 mm foram bem inferiores aos alcançados em 2 mm. Quando nenhum tipo de pino foi utilizado, a profundidade de polimerização do compósito foi de apenas 4 mm, sendo que a partir dessa profundidade não foi possível mensurar os valores de dureza. O pino de fibra de vidro Luscent Anchors (Dentatus) também foi efetivo em aumentar os valores de microdureza de uma resina composta em uma profundidade de até 6 mm, sendo que seu efeito foi maior quando as mensurações eram realizadas próximas do pino (Roberts *et al.*, 2004). A capacidade de pinos de fibra de vidro em aumentar o valor de conversão de compósitos foi também confirmada por Le Bell *et al.* (2003). Sawada e Hikege (2004) encontraram que os maiores valores de dureza de um compósito foram alcançados quando o ângulo formado entre a ponta do aparelho fotopolimerizador e o pino Light-Post foi inferior a 45°.

A maioria dos trabalhos que avaliaram o efeito de pinos translúcidos na conversão do cimento resinoso utilizou teste de microdureza ou nanodureza, que são metodologias indiretas para a mensuração do grau de conversão de compósitos odontológicos. Entre as metodologias para a mensuração direta do grau de conversão de um compósito destacam-se a calorimetria e as espectroscopias de Raman, e infravermelhas de reflexão múltipla interna (MIR), próxima (NIR) e FTIR, sendo esta última a mais utilizada na área de odontologia (Shin *et al.*, 1993; Stansbury & Dickens, 2001a). Tanto a espectroscopia de Raman quanto infravermelha são técnicas vibracionais, mas que diferem na forma como a energia é transferida para a molécula. Espectroscopia infravermelha é uma técnica de absorção, enquanto Raman é um método de espalhamento, em que os modos vibracionais simétricos ou de ligações polarizáveis são detectados com uma maior precisão (Pianelli *et al.*, 1999).

A espectroscopia estuda a interação da radiação eletromagnética com a matéria, sendo um dos seus principais objetivos a determinação dos níveis de energia de átomos ou moléculas. A partir das diferenças (transições) entre esses níveis são determinadas as posições relativas dos níveis energéticos. No caso de moléculas, a região espectral onde essas alterações são observadas depende do tipo de nível envolvido, sendo que o espectro vibracional, de interesse na mensuração do grau de conversão, encontra-se na região infravermelha. A interação da radiação eletromagnética com o movimento vibracional dos núcleos origina o espectro vibracional no infravermelho ou espalhamento Raman. Uma maneira usual de observar os espectros vibracionais, transferindo para a região do visível as informações que seriam geralmente obtidas no infravermelho, é através do espalhamento Raman, ou seja, o espalhamento inelástico da radiação eletromagnética monocromática que interage com as moléculas. As frequências vibracionais são determinadas pelas diferenças entre as frequências das radiações espalhadas e incidentes. Quando a luz incide sobre a matéria, ela pode ser espalhada ou absorvida. Grande parte da luz espalhada pode ter a mesma frequência da luz incidente (espalhamento Rayleigh - elástico). Entretanto, uma pequena porção da luz incidida pode ter sua energia aumentada ou diminuída (espalhamento Raman – inelástico) (Hanlon *et al.*, 2000). A luz Raman espalhada é

coletada por um espectrômetro e convertido em um espectro, cuja intensidade é dada como uma função de sua mudança de frequência.

Até pouco tempo, o uso de espectroscopia de Raman era limitado devido à sua menor sensibilidade em relação à espectroscopia infravermelha e à presença de fluorescência, o que interferia no sinal Raman de interesse. Entretanto, a introdução da técnica de espectroscopia de Raman Transformada de Fourier (FT-Raman) eliminou a desvantagem da fluorescência que era gerada em sistemas poliméricos impuros como os compósitos odontológicos (Shin *et al.*, 1993). Outro importante avanço foi a introdução de *lasers* infravermelhos que, por possuírem uma menor energia de radiação, não excitam a transição eletrônica na amostra, o que aumentaria o efeito da fluorescência. Dentre as vantagens da técnica de FT-Raman para a mensuração de grau de conversão de compósitos estão: as amostras utilizadas podem ter qualquer espessura ou geometria, as partículas de carga não interferem na leitura e a sua alta sensibilidade para as bandas vibracionais das duplas ligações de carbono (C=C) nas moléculas de dimetacrilatos utilizados em odontologia (Shin *et al.*, 1993). Além disso, como a técnica de FT-Raman é uma técnica de espalhamento, há a possibilidade das amostras serem simplesmente colocadas na direção do feixe do laser para, em seguida, a radiação retro-espalhada ser analisada. Ou seja, não é necessário qualquer processamento da amostra para a sua leitura.

Nos compósitos odontológicos, as bandas vibracionais de interesse são tipicamente C=C alifáticas, C=C aromáticas e C=O. Tanto na molécula de Bis-GMA como na de TEGDMA, a banda vibracional de C=C alifática, que é rompida durante a reação de polimerização, localiza-se em 1638 cm^{-1} . Já C=C aromática, que não é alterado durante a reação de polimerização, está presente apenas na molécula de Bis-GMA e apresenta a banda vibracional em 1608 cm^{-1} , sendo utilizado como controle interno para o cálculo do grau de conversão. Assim, para o cálculo do grau de conversão é utilizada a razão entre as C=C alifáticas e aromáticas (Shin *et al.*, 1993). Entretanto, a ligação C=O (1715 cm^{-1}) também pode interferir na mensuração de C=C alifática, podendo também ser utilizada como controle interno para o cálculo de conversão (Pianelli *et al.*, 1999).

Assim, diante da variabilidade de comportamento entre os diversos cimentos resinosos duais disponíveis no mercado, principalmente em relação à necessidade de

fotoativação, e da pouca evidência da efetividade de pinos condutores de luz, a escolha do sistema de cimentação ainda gera polêmica. Também é importante avaliar se o aumento do grau de conversão do cimento resinoso, com uma esperada melhora nas suas propriedades mecânicas, realmente determina uma maior retenção de um pino intra-radicular.

2.3 Incompatibilidade - adesivos simplificados e compósitos que apresentam ativação química

A simplificação dos sistemas de união através da colocação do *primer* e do adesivo numa mesma solução acarretou em um aumento na hidrofilia desses sistemas, com conseqüente aumento da acidez. Isto levou a alguns problemas relacionados à estabilidade da união e à incompatibilidade destes sistemas com compósitos que possuem ativação química da reação de polimerização (Tay & Pashley, 2003a). A incompatibilidade de sistemas de união simplificados (*primer* e adesivo na mesma solução) às resinas compostas ativadas quimicamente foi descrito pela primeira vez por Yamauchi em um estudo que avaliava a presença de monômeros metacrilatos em sistemas adesivos (Yamauchi, 1986). Estes achados também foram observados por cirurgiões-dentistas em seus consultórios. Eles relatavam falhas de união quando utilizavam uma resina composta quimicamente ativada para a confecção de núcleos de preenchimentos e sistemas adesivos convencionais de dois passos (Swift, 1998).

Sanares *et al.* (2001) avaliaram a resistência de união de sistemas convencionais de dois passos quando utilizados tanto com compósitos quimicamente ou fotoativados. Os valores de união não diferiram entre os quatros sistemas adesivos avaliados quando foi utilizado o compósito fotoativado. Entretanto, quando o compósito quimicamente ativado foi utilizado, houve uma redução significativa dos valores de união, sendo essa redução proporcional à acidez do sistema adesivo. Esses valores reduzidos de união são causados pela interação química entre a amina terciária, acelerador da reação de ativação química de polimerização, presente no compósito e os monômeros resinosos ácidos não-reagidos da camada mais superficial do adesivo, que tem a polimerização

inibida pela presença do oxigênio (Yamauchi, 1986; Gauthier *et al.*, 2005). A reação de transferência de cargas entre o monômero ácido, receptor, e a amina terciária, doadora, faz com que esta perca sua capacidade de reduzir o peróxido de benzoíla na reação de oxirredução que iria gerar o radical livre, responsável pela polimerização do compósito (Ikemura & Endo, 1999).

Os monômeros metacrilatos à base do ácido fosfórico, também denominados de organofosfatos, são muito mais agressivos do que os carboxílicos, apresentando assim uma maior inibição sobre a reação polimerização do compósito (Suh *et al.*, 2003). Além do potencial acidogênico do monômero, a sua concentração também irá interferir na acidez do sistema adesivo e, por consequência, na incompatibilidade química. Apesar de apresentarem também amina terciária como acelerador, os sistemas de fotoativação da reação de polimerização não são inibidos da mesma forma que os sistemas químicos. Um fator que poderia ser especulado é que a reação de polimerização dos compósitos fotoativados processa-se de forma mais rápida, não havendo tempo para que ocorra a desativação da amina terciária. Entretanto, mesmo quando o compósito é deixado em contato com o sistema adesivo por até 20 minutos antes da sua fotoativação, não ocorre uma redução significativa dos valores de união, desde que uma dentina desidratada seja utilizada como substrato (Tay *et al.*, 2001). A não ocorrência dessa incompatibilidade deve-se ao fato de que as aminas terciárias empregadas como fotoaceleradores são menos nucleofílicas, em consequência da adição de grupos eletronegativos, não sendo usualmente inativadas pelos monômeros ácidos nas concentrações em que esses são incorporados aos sistemas adesivos (Suh *et al.*, 2003).

A adição de catalisadores químicos (agentes redutores) aos sistemas de união simplificados apareceu como uma opção para diminuir a espessura da camada de inibição do oxigênio desses sistemas, o que poderia levar a uma redução na incompatibilidade. Yamauchi (1980) descreveu que a incorporação de um sistema de polimerização via peróxido de benzoíla/ amina terciária aromática e sal do ácido sulfínico aos sistemas adesivos poderia aumentar a conversão dos monômeros resinosos ácidos. Sistema similar contendo um sal do ácido sulfínico aromático, amina terciária e fotoiniciador foi também formulado por Blackwell e Huang e incorporado a um sistema de união convencional de

dois passos, sendo praticamente o protótipo da versão dual dos sistemas Prime&Bond 2.1(Dentsply) e Prime&Bond NT (Dentsply) (Sanares *et al.*, 2001). Outros catalisadores utilizados como alternativas de um sistema de oxi-redução foram o tri-N-butil borano (TBBO) parcialmente oxidado e um sal metálico (Imai *et al.*,1991). Mais recentemente, Nakagawa e Ohno formularam um novo sistema iniciador baseado no uso de aril borato [tetra-bis(m-metoxifenil)borato de sódio] e de sal metálico (citrato de cobre) para aumentar a união de compósitos acídicos a compósitos quimicamente ativados (Sanares *et al.*, 2001). Estes dois componentes são fortes agentes redutores e bons carregadores de oxigênio.

Buscando contornar essa incompatibilidade química, diversos fabricantes têm incorporado aos seus produtos sistemas ternários de oxi-redução, sendo os sais de sódio do ácido sulfínico aromático os mais utilizados (Nyunt & Imai, 1996). A reação desses sais com os monômeros resinosos ácidos, além de aumentar a conversão destes, produz como produto radicais livres fenil ou sulfonil benzeno, que funcionam como iniciadores da reação química de polimerização do compósito, reduzindo ainda mais a incompatibilidade (Ikemura & Endo, 1999). Alguns sistemas de união convencionais que disponibilizam catalisadores, também denominados de ativadores químicos de reação, são Prime&Bond, tanto o 2.1 como o NT, Excite DSD (Ivoclar-Vivadent) e Optibond Solo Plus (Kerr). Nesses sistemas, o catalisador é misturado ao adesivo previamente à sua aplicação . Já o adesivo autocondicionante de passo único Brush&Bond (Parkell) apresenta como catalisador o sal de sódio derivado do ácido p-toluenosulfínico (p-TSNA) que, juntamente com a amina NPG-Na, é impregnado às cerdas do aplicadores disponibilizados pelo sistema. Recentemente, foi introduzido no mercado um co-iniciador universal, para ser utilizado com uma série de sistemas de união, denominado de BondLink (Den-Mat).

Tay *et al.* (2003c) avaliaram a eficácia de catalisadores químicos em reduzir a incompatibilidade química entre sistemas adesivos convencionais de dois passos e compósitos quimicamente ativados. Neste trabalho, o ativador químico do sistema Optibond Solo Plus não foi efetivo em eliminar completamente a interação química. Este ativador químico apresenta em sua composição o sal de sódio do ácido sulfínico benzeno (BSA), etanol e os monômeros resinosos Bis-GMA e HEMA. Quando os monômeros foram removidos em um catalisador experimental, permanecendo apenas o catalisador e o

solvente, a incompatibilidade química foi completamente eliminada. Os autores acreditam que os monômeros resinosos adicionados no ativador podem reagir com o catalisador BSA na solução, antes mesmo deste ser utilizada, reduzindo a sua concentração, que seria um fator importante na eliminação da incompatibilidade (Suh *et al.*, 2003). Nos sistemas adesivos convencionais de dois passos Prime&bond 2.1 e Prime&bond NT o ativador químico de reação, Self-cure activator (Dentsply), apresenta em sua composição um sulfinato aromático de sódio (catalisador) e os solventes etanol e acetona. Swift *et al.* (2001) notaram que os valores de união do Prime&bond NT a um compósito quimicamente ativado foram apenas levemente aumentados quando foi utilizado o ativador. Suh *et al.* (2003) demonstraram que a utilização de catalisador aumenta a velocidade e o grau de conversão de compósitos quimicamente ativados contaminados por monômeros ácidos. Entretanto, esse aumento do grau de conversão nunca atinge os níveis alcançados pelo compósito não contaminado.

Entretanto, mesmo que ocorra a completa eliminação da incompatibilidade química pelo uso de catalisadores, a incompatibilidade entre sistemas adesivos simplificados e compósitos quimicamente ativados ainda permanece quando o substrato utilizado é dentina hidratada (Tay *et al.*, 2003a; Tay *et al.*, 2003b; Tay *et al.*, 2003c). Outra observação é que os valores de união para esses sistemas também são reduzidos quando o adesivo fica em contato com o compósito por períodos de até 20 minutos, previamente à fotoativação deste (Tay *et al.*, 2001). Neste último caso, em que são utilizados compósitos fotoativados, a incompatibilidade química não existe, como foi exposto anteriormente. Tay *et al.* (2002b) demonstraram que os sistemas adesivos autocondicionantes de passo único tornam-se membranas permeáveis após a sua polimerização, permitindo a passagem de fluidos da dentina para a interface adesivo-compósito. Esse mesmo fenômeno também acontece com os sistemas adesivos convencionais de dois passos (Tay *et al.*, 2003c). Esta permeabilidade, permitindo a passagem de água da dentina para a interface de união do adesivo com o compósito, também é responsável pela incompatibilidade observada entre adesivos simplificados e compósitos ativados quimicamente (Tay *et al.*, 2003b; Tay *et al.*, 2003c).

Em meio úmido, o HEMA se co-polimeriza com os monômeros resinosos ácidos e forma um hidrogel aniônico poroso, denominado de poli-HEMA, sendo que os poros aumentam proporcionalmente ao aumento na concentração de água (Tay *et al.*, 2002b). Os poros podem ter de 10 a 100nm, microporos, de 100nm a 1µm, macroporos, ou podem atingir até 80µm³ quando a polimerização ocorre em concentrações superiores a 45% de água, formando verdadeiras esponjas de poli-HEMA (Chirila, 1993). É importante salientar que a presença de HEMA reduz a pressão de vapor da água, dificultando a sua eliminação por volatilização e aumentando a água residual (Pashley *et al.*, 1998). A formação destes poros através da camada de adesivo polimerizada leva a um fenômeno denominado de “water trees” (árvores de água), denominação feita em função do seu aspecto ramificado (Tay *et al.*, 2002a, Tay & Pashley, 2003b). A formação de poros de água na camada adesiva também é observado em adesivos autocondicionantes de passo único apresentados em um só frasco, e que não possuem HEMA em sua composição (segundo os fabricantes), como o iBond (Heraeus-Kulzer), G-Bond (GC América) e Brush&Bond (Tay *et al.*, 2005c). Nestes sistemas os poros representam uma separação de fase entre a água e os componentes resinosos após a evaporação dos solventes mais voláteis como a acetona e o etanol (Van Landuyt *et al.*, 2005). Neste caso, os poros possuem configuração esférica e assemelham-se a raios de sol quando visualizados através de microscopia eletrônica de transmissão (MET) (Tay *et al.*, 2005c).

A presença de poros através da camada adesiva indica a retenção de água, que pode estar aderida à matriz polimérica ou livre, sendo essa última forma relacionada ao aparecimento de “water trees” (Tay *et al.*, 2004a, Tay *et al.*, 2004b). Quando o polímero contém grupos funcionais polares ou hidrófilos, moléculas de água podem se aderir à matriz polimérica através de ligações de hidrogênio ou forças de Van der Waals (Tay *et al.*, 2005c). Entretanto, as ligações de hidrogênio que ligam a água aos domínios hidrófilos da matriz polimérica do adesivo podem ser rompidas durante a sua polimerização (Lagouvardos *et al.*, 2003). Assim, diferentes padrões de porosidades podem ser formados pela movimentação da água através de regiões de relaxamento/rompimento da matriz polimérica no estágio inicial de vitrificação (também denominado erroneamente de geleificação) do adesivo durante a sua polimerização (Tay *et al.*, 2005c).

Independente do mecanismo de formação, tanto os “water trees” como os poros esféricos, originados na separação de fase do adesivo, funcionam como canais de água que permitem a difusão de água. A presença de eletrólitos dissolvidos, como íons cálcio e fósforo derivados do processo de autocondicionamento (no caso dos adesivos autocondicionantes), e de monômeros resinosos hidrófilos não polimerizados, ao longo da camada de adesivo que tem a sua polimerização inibida pelo oxigênio, favorece a criação de um gradiente de pressão osmótica (Tay *et al.*, 2003a). Esse gradiente criado leva à passagem de água dos túbulos dentinários, região de baixa concentração de solutos, para a superfície da camada de adesivo, interface adesivo-compósito, que possui uma maior concentração de solutos, levando a dois problemas. O primeiro é a formação de glóbulos resinosos ao longo da interface, que são soluções imiscíveis de monômeros hidrófilos e hidrófobos. A polimerização por emulsão dos monômeros hidrófobos em água, juntamente com os monômeros hidrófilos do adesivo diluídos com o compósito hidrófobo resultam na formação desses glóbulos (Tay *et al.*, 2002b). O segundo é a formação de bolhas na superfície da resina composta em contato com o adesivo, sendo este fenômeno denominado de “osmotic blistering”, ou formação de bolhas por osmose (Tay *et al.*, 2004b).

O crescimento no diâmetro ou altura das bolhas está diretamente relacionado ao gradiente de pressão osmótico e ao tempo decorrido até a polimerização do compósito (Tay *et al.*, 2004b). A espessura da camada adesiva também tem influência sobre a velocidade de osmose da água para interface. Em camadas adesivas muito finas, como a produzidas por alguns sistemas adesivos autocondicionantes de passo único, a passagem de fluídos para a interface é muito rápida e a formação de bolhas pode acontecer mesmo quando o compósito é fotoativado imediatamente após a sua inserção (Tay *et al.*, 2005). Esse fenômeno é mais propenso de ocorrer quando são utilizados cimentos resinosos em função de sua menor viscosidade (Mak *et al.*, 2002). A presença de bolhas de água no compósito próximo à interface cria áreas de propagação de tensões, que reduzem a força necessária para o rompimento da interface adesivo-compósito (Tay *et al.*, 2003a). A propagação de tensões neste caso ocorre com uma orientação centrípeta, produzindo fratura com características semelhantes a uma roseta (Carvalho *et al.*, 2004). Uma outra consequência é a redução das propriedades mecânicas do compósito em virtude da redução

do seu grau de conversão, uma vez que o polímero é formado em contato com a água, e de sua plasticização (Jacobsen & Söderholm, 1995; Carrilho *et al.*, 2004).

Cheong *et al.* (2003) avaliaram a resistência de união e ultra morfologia da interface de união, através de MET, de quatro sistemas de união autocondicionantes, sendo dois de passo único, Brush&Bond e Xeno III (Dentsply), e dois de dois passos, Clearfil SE Bond (Kuraray) e Tyrian (Bisco), utilizados com compósitos duais, fotoativados ou não. Para os sistemas de dois passos, ao contrário dos de passo único, não houve diferença entre os valores de união alcançados quando utilizados com o compósito fotoativado ou ativado apenas quimicamente. “Water trees” estavam ausentes na camada adesiva desses sistemas, demonstrando que a cobertura do *primer* autocondicionante com uma resina hidrófoba e livre de solvente praticamente eliminou a permeabilidade do adesivo. Para os sistemas de passo único, o Brush&Bond comportou-se melhor que o Xeno III quando foi utilizado com o compósito não fotoativado. Isso demonstrou que o catalisador químico do sistema reduziu a incompatibilidade, mas não a eliminou, uma vez que a permeabilidade do adesivo ainda permaneceu.

A colocação de uma resina adesiva hidrófoba e livre de solventes sobre os sistemas adesivos simplificados pode eliminar tanto a incompatibilidade química, causada pelos monômeros ácidos, como reduzir a permeabilidade da camada adesiva (Jayasooriya *et al.*, 2004, King *et al.*, 2005). Essa cobertura com adesivo hidrófobo também reduz a nano infiltração e aumenta a resistência da camada híbrida (Carvalho *et al.*, 2004). Uma vez que adesivos hidrófobos, sem solvente e com alta viscosidade não conseguem penetrar nos espaços residuais da camada híbrida incompletamente infiltrada pelo *primer*/adesivo hidrófilo para reduzir a nano infiltração, essa redução parece estar mais relacionada ao aumento no grau de conversão do adesivo. A presença de monômeros resinosos ácidos reduz a velocidade e o grau de conversão, o que torna a camada híbrida mais propensa ao rompimento e à degradação (Tay *et al.*, 2003a). A aplicação adicional do adesivo hidrófobo pode fornecer radicais livres adicionais para aumentar o grau de conversão do adesivo, provavelmente reduzindo a sua permeabilidade (Carvalho *et al.*, 2004). Além disso, a permeabilidade da camada adesiva também é reduzida em função do adesivo hidrófobo que cobre o adesivo simplificado ser menos permeável (King *et al.*, 2005).

A aplicação adicional de um adesivo hidrófobo aumenta a camada adesiva em até 10µm, podendo esta estratégia ser utilizada também em cimentações (Carvalho *et al.*, 2004). Pfeifer *et al.* (2003) demonstraram que a incompatibilidade pode também ocorrer com cimentos resinosos duais em situações em que a luz do fotopolimerizador não consiga alcançar o cimento de forma efetiva, desencadeando a porção física (por luz) da reação de polimerização. Nesse trabalho, o Prime&Bond NT apresentou uma redução de 76% nos valores de união quando o cimento dual não foi fotoativado. Com a utilização do ativador Self-cure activator, os valores de união também foram reduzidos, só que em apenas 44%. Já para o sistema adesivo ScotchBond Multi-purpose (3M ESPE), em que um adesivo hidrófobo é utilizado como último passo do procedimento adesivo, não houve diferença entre os valores de união encontrados com a fotoativação ou não do cimento resinoso. Isto demonstra que, em situações em que a fotoativação do cimento resinoso é crítica, como na cimentação de coroas com grande espessura e de pinos intra-radulares, a seleção do procedimento adesivo é crucial para o sucesso da cimentação.

Mesmo com a ausência da pressão pulpar positiva em dentes tratados endodonticamente, candidatos a receberem pinos intra-radulares, Chersoni *et al.* (2005) demonstraram que a permeabilidade dos adesivos simplificados também pode influenciar as cimentações feitas no interior do canal radicular. Durante o preparo do canal para receber o pino, os cimentos endodônticos, *sealers*, que penetram de 35 a 80 µm dentro dos túbulos dentinários, são completamente removidos (Kouvas *et al.*, 2004). A lavagem do ácido fosfórico, no caso da utilização de adesivos convencionais, resulta na retenção substancial de água dentro dos túbulos dentinários, que não é completamente removida através do uso de cones de papel absorvente. Essa água residual passa através do adesivo e forma bolhas na interface adesivo-cimento quando adesivos convencionais de dois passos são utilizados (Chersoni *et al.*, 2005). No caso de adesivos autocondicionantes de passo único, a água é originária do próprio sistema adesivo (Tay *et al.*, 2002) ou da dentina, uma vez que o dente não é completamente desidratado (Papa *et al.*, 1994). Como a *smear plug* ainda permanece nos sistemas adesivos autocondicionantes (Tay & Pashley, 2001), a permeabilidade dos túbulos é reduzida e as bolhas formadas com a utilização destes sistemas adesivos são menores (Chersoni *et al.*, 2005).

Assim, na cimentação de pinos intra-radiculares através de cimentos resinosos associados a sistemas de união, a escolha do adesivo pode ter grande influência sobre a retenção final do pino. Diante da maior dificuldade de controle da umidade na técnica adesiva para os sistemas de união convencionais, a utilização de sistemas autocondicionantes parece uma boa alternativa. Entretanto, quando se utiliza adesivos autocondicionantes de passo único, menos dependentes das características da lama dentinária que os de dois passos, a sua maior acidez e permeabilidade podem prejudicar a sua união ao cimento resinoso.

2.4 Pinos intra-radiculares - cimentação

O uso de pinos intra-radiculares tem como principal função a retenção da restauração em dentes com a coroa severamente destruída (Ferrari *et al.*, 2000). Entre os sistemas de pinos intra-radiculares disponíveis no mercado, os pinos resinosos preenchidos por fibra (pinos de fibra), tanto de vidro como de carbono, apresentam um comportamento biomecânico superior aos metálicos e cerâmicos (Barjau-Escribano *et al.*, 2006). Segundo Pest *et al.* (2002), os pinos de fibra, por possuírem um módulo de elasticidade semelhante ao da dentina, poderiam formar com essa um corpo contínuo quando cimentados de forma adesiva, o que poderia levar a uma melhor distribuição de tensões. A formação deste corpo contínuo baseia-se no fato dos cimentos resinosos apresentarem maior potencial de união à dentina e aos pinos de fibra em relação aos cimentos de ionômero de vidro e fosfato de zinco (Sen *et al.*, 2004).

Os pinos de fibra são compostos por uma matriz de resina epóxica envolvendo as fibras que podem ser quartzo (vidro) ou carbono. A resina epóxica exibe elevado grau de conversão e uma cadeia polimérica com alta densidade de ligações cruzadas, não apresentando assim sítios reativos para unirem-se aos monômeros resinosos do cimento resinoso (Lassilla *et al.*, 2004). Para aumentar a união aos pinos de fibras, tratamentos mecânicos e químicos da superfície foram desenvolvidos para aumentar a rugosidade da superfície e criar vias de difusão para o adesivo ou cimento resinoso (Sahafi *et al.*, 2003). O meio mecânico mais utilizado para possibilitar esta união é o jateamento do pino com óxido

de alumínio, enquanto o condicionamento com ácido clorídrico é o tratamento químico mais realizado. Mesmo diante de uma união satisfatória alcançada, estes procedimentos são muito agressivos ao pino e podem levar a alterações nas suas propriedades mecânicas e na sua resistência (Sahafi *et al.*, 2004a).

Amino silanos são utilizados há muito tempo com sucesso pela indústria para alcançar união química à resina epóxica (Iglesias *et al.*, 2002). Já o agente silano mais utilizado na odontologia é o γ -metacriloxipropil-trimetoxisilano (γ -MPS) que não adere bem à resina epóxica (Monticelli *et al.*, 2006a). Isso foi confirmado por Perdigão *et al.* (2006), que demonstraram que a utilização do agente silano Monobond S (Ivoclar-Vivadent) não aumentou a adesão do cimento resinoso a pinos de fibra de vidro. Entretanto, a união do agente silano γ -MPS à fibras de quartzo presentes nos pinos de fibra de vidro, que possuem sílica em sua composição, é efetiva (Monticelli *et al.*, 2006b). Soluções de permanganato de potássio, etóxido de sódio e peróxido de hidrogênio foram propostas como tratamento químico da superfície de pinos de fibra, previamente à aplicação do agente silano (Monticelli *et al.*, 2006a). Essas soluções possuem a capacidade de remover seletivamente a resina epóxica que envolve os pinos, expondo as fibras de quartzo. A solução de peróxido de hidrogênio nas concentrações de 10 ou 20%, além de ser de fácil manipulação e baixo custo, apresentou excelentes resultados no condicionamento de pinos de fibra de vidro (Vano *et al.*, 2006).

O outro substrato em que o cimento resinoso deve unir-se é a dentina do canal radicular. Excetuando-se os cimentos resinosos auto-adesivos, lançados há pouco tempo no mercado, os cimentos resinosos geralmente necessitam da utilização de sistemas adesivos para se unirem ao substrato dental. Entretanto, alguns fatores relacionados ao tratamento endodôntico podem influenciar o desempenho desses sistemas adesivos. Edemir *et al.* (2004) demonstraram que a utilização de hipoclorito de sódio a 5% ou peróxido de hidrogênio a 3% para irrigação do canal durante o tratamento endodôntico pode levar a uma redução da qualidade de união. Isto ocorre pela inibição da polimerização do adesivo em função do oxigênio residual gerado por estas soluções. Mas este efeito parece variar em função da composição do sistema de união (Ari *et al.*, 2003; Hayashi *et al.*, 2005). O eugenol presente em alguns cimentos endodônticos (*sealers*) também pode influenciar no

grau de conversão do adesivo (Ngho *et al.*, 2001). Uma opção é a utilização de cimentos endodônticos sem eugenol, ou seja, à base de hidróxido de cálcio. Apesar de resíduos de hidróxido de cálcio de cimentos endodônticos poderem dificultar a penetração do adesivo, reduzindo também os valores de união, Menezes (2006) não encontrou nenhuma alteração nos valores de retenção de pinos intra-radulares quando utilizou o cimento Sealer 26 (Dentsply). Já o calor gerado durante algumas técnicas de compactação da guta-percha no canal ou durante a sua remoção parece não alterar o substrato dentinário de forma a prejudicar a adesão (Tay *et al.*, 2005b).

Outros fatores que podem influenciar os procedimentos de união à dentina do canal radicular são as variações do substrato e as dificuldades técnicas em função da profundidade do canal. Segundo Ferrari *et al.* (2000), na adesão de um sistema adesivo convencional à dentina do canal radicular, a espessura da camada híbrida e a densidade de *tags* resinosos reduzem em direção apical, o que é refletido também na redução dos valores de união. Entretanto, para sistemas autocondicionantes essa variação não ocorre e, apesar da menor densidade de *tags* e da camada híbrida menos espessa, os valores de união são mais homogêneos em toda a extensão do canal radicular (Pest *et al.*, 2002; Akungor *et al.*, 2006). Essa variação nos valores de união dos sistemas convencionais foi atribuída à redução da densidade e diâmetro dos túbulos dentinário em direção apical e à maior dificuldade em se controlar a umidade do substrato dentinário nas porções mais profundas do canal (Ferrari *et al.*, 2000; Ferrari *et al.*, 2001). Akungor *et al.* (2006) demonstraram que esta mesma dificuldade técnica não ocorre para sistemas adesivos autocondicionantes. Neste trabalho, o sistema autocondicionante utilizado apresentou maiores valores de união que o adesivo convencional na região apical, sendo nos terços médio e cervical não houve diferença entre os dois sistemas.

Entretanto, Pirani *et al.* (2005) afirmaram que os métodos até então empregados para avaliar a presença de *tags* resinosos na dentina do canal radicular não eram totalmente confiáveis, sendo que a correlação de causa-efeito feita entre a presença de *tags* e uma maior resistência de união não poderia ser realizada. Perdigão *et al.* (2004) avaliaram diversos sistemas de cimentação, autocondicionantes e convencionais, para a cimentação de pinos de fibra de vidro, de carbono e pinos cerâmicos. Os autores encontraram que,

independente do sistema de cimentação utilizado, os valores de resistência dos pinos ao teste de *push-out* decresceram em sentido apical. Um dos fatores apontados para justificar esses resultados foi a dificuldade de polimerização dos adesivos nas regiões mais profundas do canal. Nas porções mais distantes da fonte de luz ocorre uma redução na quantidade de fótons que chegam ao adesivo, reduzindo o seu grau de conversão e as suas propriedades mecânicas (Takahashi *et al.*, 2002). Pode-se contornar esse problema com a utilização de ativadores químicos de reação (Foxton *et al.*, 2003). Até mesmo a presença de catalisadores químicos em cimentos duais pode levar a um aumento na conversão do adesivo (Grandini *et al.*, 2005). Entretanto, para alguns sistemas de união, a adição de ativadores não exerce qualquer influência nos valores de união, sendo que para outros ocorre até a redução das propriedades mecânicas do adesivo, com conseqüente redução da retenção (Akgungor *et al.*, 2006). Aksornmuang *et al.* (2006) demonstraram que a duplicação do tempo de fotoativação aumenta os valores de união no terço apical do canal radicular. Outra técnica para aumentar o grau de conversão do adesivo é a utilização de pinos plásticos condutores de luz (Chersoni *et al.*, 2005).

A eficácia dos procedimentos adesivos na cimentação de pinos intra-radiculares pode ser mensurada basicamente através de três testes de união. No teste de *pull-out* o pino é preso através de sua extremidade superior a um dispositivo acoplado a uma máquina de ensaio e é tracionado para fora do canal (Giachetti *et al.*, 2004; Valandro *et al.*, 2005). Um inconveniente dessa metodologia é que ela não possibilita a mensuração dos valores de retenção em diferentes regiões do canal radicular. Buscando mapear os valores de união dentro do canal radicular, o ensaio de micro-tração foi então proposto (Bouillaguet *et al.*, 2003). Independente da metodologia usada na confecção de amostras para micro-tração, ampulheta (*triming*) ou palitos (*no-triming*), há uma grande perda de amostras nesta etapa, ou seja, antes das amostras serem ensaiadas, o que compromete os resultados obtidos (Goracci *et al.*, 2004). A perda das amostras durante o corte, no caso de palitos, ou da constrição, no caso de ampulheta, sugerem uma baixa resistência de união. Já o ensaio de *push-out*, ou extrusão por cisalhamento, possibilita a mensuração da retenção do pino em diferentes regiões do canal sem que haja a perda prematura de amostras (Boschian *et al.*, 2002). Entretanto, tensões não uniformes são geradas nas interfaces adesivas quando o teste

de *push-out* é executado com secções muito espessas (Sudsangiam *et al.*, 1999). Para contornar esse inconveniente, Goracci *et al.* (2004) propuseram o teste *push-out* com secções de até 1 mm, também denominado de *micropush-out*. Neste tipo de ensaio, a redução da espessura da amostra leva a uma distribuição mais uniforme das tensões, a exemplo do que ocorre com o teste de micro-tração (Sano *et al.*, 1994).

Goracci *et al.* (2005) avaliaram a resistência ao teste de *push-out* de pinos de fibra de vidro cimentados com Panavia 21 (Kuraray) e Variolink II. O sistema Panavia 21 utiliza o *primer* autocondicionante ED primer (Kuraray), enquanto que o Variolink II utiliza o sistema adesivo convencional de dois passos Excite DSC (Ivoclar-Vivadent). Entretanto, nesse trabalho, a utilização destes cimentos sem o respectivo sistema de união não alterou os valores de resistência a *push-out*. Houve apenas diferença entre os dois cimentos resinosos. Foi especulado que a fricção do conjunto cimento resinoso-pino de fibra às paredes do canal radicular seria o principal mecanismo de retenção. A observação do gráfico de deslocamento x força aplicada durante o ensaio mostra que mesmo após o deslocamento do pino, ou seja, onde se espera que a união já esteja rompida, ocorre um aumento significativo da força aplicada pela célula carga (Lin *et al.*, 2001). Em um estágio inicial, quando a carga é aplicada no topo do pino, ocorre retenção friccional entre a porção não-aderida do pino e as paredes do canal, sendo que no lado oposto ainda são desenvolvidas tensões de cisalhamento e ocorre a propagação da falha. Num estágio final do ensaio de *push-out*, apenas a fricção se opõe ao deslocamento do pino (Lin *et al.*, 2001).

Pirani *et al.* (2005a) demonstraram que na cimentação de pinos intra-radulares, mesmo com o adesivo apresentando uma camada híbrida espessa e regular, as réplicas de resina epóxica feitas a partir da interface cimento-dentina mostravam a presença de fendas em toda a extensão do canal radicular. Além de todas as dificuldades técnicas já citadas na adesão à dentina do canal radicular, o fator de configuração cavitário, fator-C, que é a proporção entre a área aderida e não aderida, é extremamente alto nesta situação. Diante da contração de polimerização inerente às resina compostas, que é ainda mais pronunciada no caso de cimentos resinosos, as áreas não aderidas proporcionam ao material a possibilidade de deformar-se e dissipar as tensões geradas pela contração. Entretanto, no caso de cimentação de pinos intra-radulares, a área aderida é infinitamente superior a não

aderida, podendo haver um fator-C de 200 (Bouillaguet *et al.*, 2003). Tay *et al.* (2005a) demonstraram que num canal com 20 mm de profundidade, o fator-C pode variar de 46 a 23.461 com a diminuição de espessura do cimento de 500 para 1 μm , sendo o seu aumento inversamente proporcional à espessura do cimento. Esse alto fator cavitário, com a impossibilidade de dissipação as tensões geradas pela contração de polimerização do cimento, inevitavelmente leva a uma ruptura da união e à formação de fendas (Pirani *et al.*, 2005).

Essas fendas originadas do rompimento da união indicam uma limitação do procedimento adesivo na retenção de pinos intra-radulares. Cury *et al.* (2006) comparou a resistência a *push-out* de pinos de fibra de vidro cimentados com dois cimentos resinosos, dois cimentos de ionômero de vidro modificados ou um cimento ionomérico convencional. Mesmo com as evidências que os cimentos ionoméricos apresentam baixos valores de adesão, estes apresentaram maior resistência ao teste de *push-out* que os cimentos resinosos após armazenagem em água. A explicação sugerida pelos autores é que a expansão higroscópica dos cimentos ionoméricos aumentou a sua intimidade com as paredes do canal e, por consequência, a sua retenção friccional. Entretanto, o cimento ionomérico convencional apresentou valores inferiores aos modificados por resina, o que pode ter ocorrido em função de uma menor resistência coesiva. A retenção friccional também pode explicar a maior retenção obtida pelos pinos cilíndricos (paralelos) em relação aos cônicos, quando procedimentos idênticos de cimentação são realizados (Sahafi *et al.*, 2004).

Diante dessas evidências, parece claro que quanto mais íntimo for o contato do cimento resinoso com as paredes do canal radicular maior será a retenção friccional. Sob este aspecto, cimentos com propriedades mecânicas superiores e que propiciem espessuras mais delgadas parecem ser mais vantajosos. Entretanto, a literatura a cerca destes aspectos ainda é escassa e há a necessidade de maiores esclarecimentos.

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste estudo foram avaliar:

- a) O efeito da diferença de translucidez de dois pinos intra-radiculares sobre o grau de conversão de um cimento resinoso dual em três diferentes profundidades;
- b) A resistência ao teste de *push-out* destes dois pinos, cimentados com um cimento resinoso dual associado a dois sistemas de união, convencional de dois passos ou autocondicionante de passo-único, em três diferentes profundidades do canal radicular.
- c) Avaliar a influência da aplicação adicional de uma resina adesiva hidrófoba ou a utilização do ativador químico associado a estes dois sistemas de união na retenção dos pinos.

4 MATERIAIS E MÉTODO

4.1 Mensuração do grau de conversão do cimento resinoso

Para a mensuração do grau de conversão, os fatores em estudo foram pino intra-radicular, em dois níveis (Quadro 2 e Figura 3), e profundidade em três níveis: cervical, média e apical. A variável de resposta foi o grau de conversão do cimento resinoso RelyX ARC ¹ expresso em porcentagem (%), sendo as unidades experimentais os pinos intra-radiculares cobertos pelo cimento resinoso.

Quadro 2

Tipo de pino intra-radicular.

Níveis	Descrição
Aestheti-Post ²	Pino de fibra de carbono envolvido por fibra de quartzo
Light-Post ²	Pino de fibra de quartzo translúcido



Figura 3 – Pinos Aestheti-Post (esquerda) e Light-Post (direita).

¹ 3M ESPE, St Paul. MN, USA.

² Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA.

4.1.1 Preparo das amostras

Para possibilitar a mensuração do grau de conversão do cimento resinoso, foram preparados canais simulados para a inserção dos pinos com o cimento. Foram utilizados pinos #3 em todo o experimento, tanto para o Light-Post quanto para Aestheti-Post. Estes pinos são cilíndricos com diâmetro de 2,1 mm na porção superior e de 1,4 mm na inferior. Para a confecção do canal simulado, um pino de cada tipo foi desgastado através de lixa de Carbetto de silício (SiC)³ # 600 manualmente até a metade de seu diâmetro (Figura 4A). Esse desgaste foi aferido através de um paquímetro digital⁴. Em seguida um aparato plástico com 12 mm de comprimento, 2 mm de largura e 1 mm de espessura foi colado através de cola à base de cianocrilato à superfície desgasta do pino (Figura 4B e C). A utilização deste aparato teve como objetivo criar espaço para a inserção do cimento resinoso dentro da matriz. Para a realização da moldagem, um tubo *ependorf* foi seccionado a aproximadamente 17 mm abaixo da tampa, sendo também realizada uma perfuração no centro desta para o posicionamento do pino, ficando todo o aparato plástico dentro do tubo seccionado. Em seguida, uma moldeira foi confeccionada com resina acrílica⁵ com o objetivo de pressionar o material de moldagem para dentro do tubo *ependorf* seccionado, em que estava posicionado o pino com o aparato (Figura 5A). O conjunto foi então moldado com silicone de reação por adição Aquasil⁶ de consistência leve, sendo moldagem realizada até a altura do pino onde estava colado o aparato plástico, fazendo com que o molde apresentasse 12 mm de profundidade (Figura 5B). Foram confeccionados cinco moldes para cada um dos pinos utilizados neste trabalho (Figura 5C). Para permitir a eliminação do gás hidrogênio, que pode ser produzido durante a manipulação do material, os moldes foram armazenados por 24 horas em uma estufa a 37°C antes da sua utilização.

³ Carborundum abrasivos, Recife, PE, Brasil

⁴ FowlerSylvac, Sylvac SA, Crissier, Switzerland

⁵ Vipi-Flash, Dental Vipi Ltda. Ind. e Com. de materiais odontológicos, Pirassununga, SP, Brasil.

⁶ Dentsply DeTrey, Konstanz, Germany

Do mesmo modo que foi feito para o pino moldado, cinco pinos Light-Post e cinco Aestheti-Post também foram desgastados. O cimento resinoso RelyX ARC era manipulado e colocado na matriz de silicone de adição molde com auxílio de um espiral lentulo⁷ (Figura 6A), estando o pino desgastado posicionado previamente. O excesso de cimento (Figura 6B) era removido e este fotoativado por 40s pelas superfícies intacta e desgastada do pino, totalizando 80s de fotoativação (Figura 6C). Para a fotoativação, a ponta do aparelho OptiluxTM 8 501, com uma densidade de potência de aproximadamente 900 mW/cm² (Tsai *et al.*, 2004), era posicionada num ângulo de 45° com a superfície do pino. Após isso, as amostras foram armazenadas, sem remover o conjunto pino-cimento do molde, a seco e ao abrigo da luz em uma estufa a 37° C por uma semana.

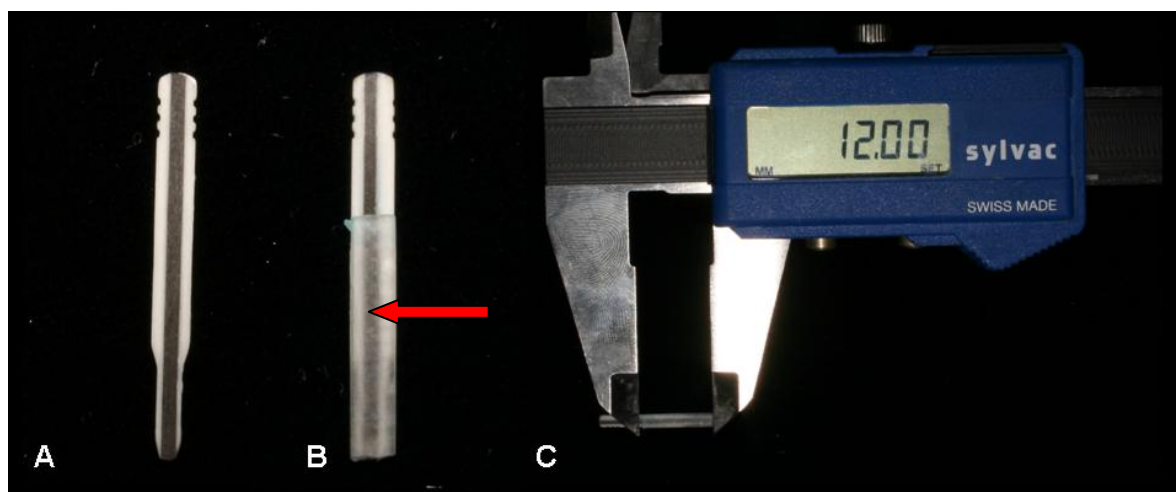


Figura 4 – (A) Pino Aestheti-Post desgastado, (B) aparato plástico (seta) colado sobre a superfície desgastada do pino e (C) mensuração do comprimento do aparato.

⁷ Dentsply - Maillefer Instruments SA, Ballaigues, Switzerland.

⁸ Kerr/Demetron, Orange, CA, USA.

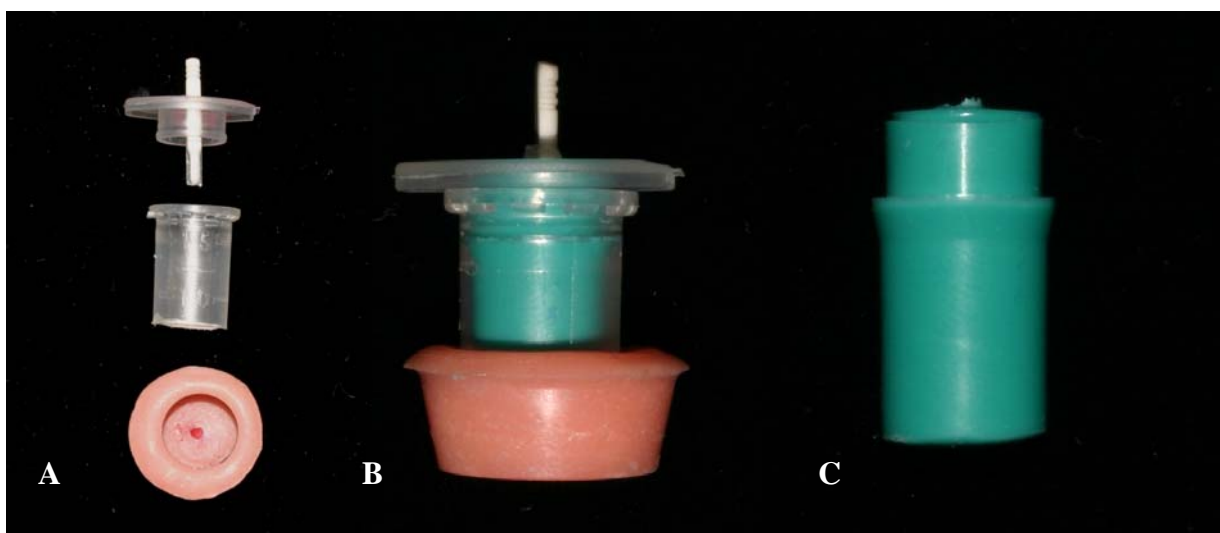


Figura 5 – (A) Dispositivo confeccionado para a moldagem do pino, (B) moldagem do pino e (C) a matriz de silicone de reação de adição.

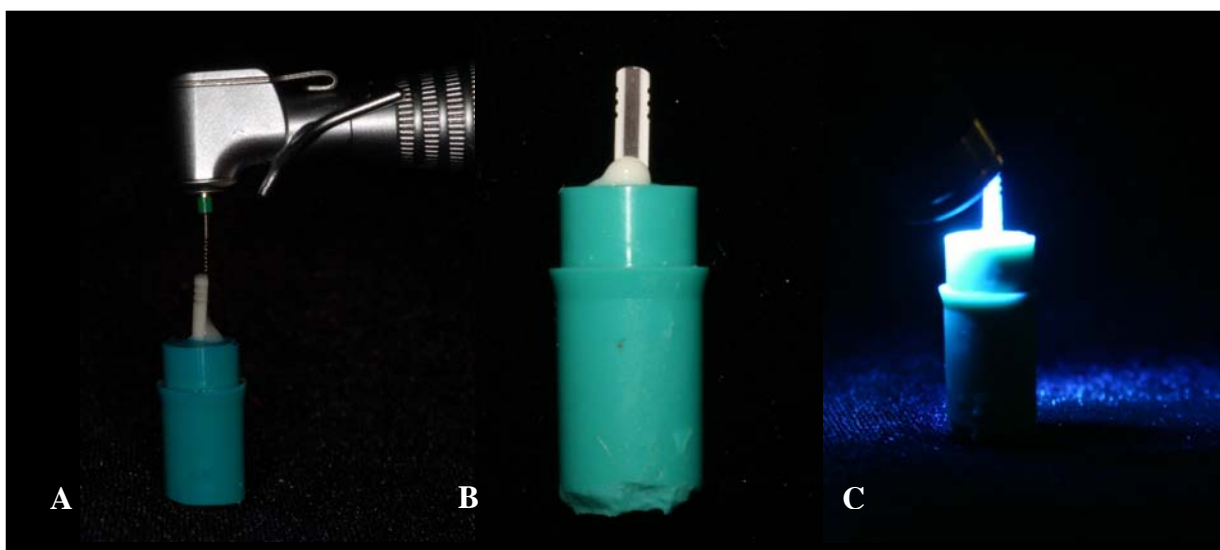


Figura 6 – (A) Inserção do cimento resinoso com a espiral lentulo após o posicionamento do pino Aestheti-Post desgastado na matriz, (B) excesso de cimento resinoso antes de ser removido e (C) fotoativação do cimento resinoso.

4.1.2 Leitura do grau de conversão

Após o período de estocagem, as amostras foram levadas para a leitura do grau de conversão do cimento resinoso. Para isso, elas foram posicionadas no porta-amostras do equipamento FT-Raman RFS 100/S⁹ (Figura 7) Em seguida, através de um posicionador micrométrico com eixos x, y e z, com a finalidade de movimentar as amostras, o terço onde seria realizada a leitura era localizado. A superfície do cimento resinoso foi excitada com um laser de Nd:YAG desfocado ($\lambda 1064.1\text{nm}$), com uma potência de 200 mW e, então, foi feita a aquisição dos espectros a partir de 100 varreduras (resolução espectral de 4 cm^{-1}) – Figura 8. O feixe do laser utilizado possui um diâmetro de, aproximadamente, 1 mm. Assim, para as leituras, o centro do feixe do laser era posicionado nas seguintes distâncias (região analisada) da extremidade inferior do pino: 2 mm (apical), 6 mm (médio) e 10mm (cervical). Em seguida, o espectro do cimento não polimerizado também foi obtido para ser usado como referência no cálculo do grau de conversão do cimento polimerizado. Para isso, o cimento RelyX ARC foi manipulado, misturando-se as pastas base e catalisadora, e colocado em um porta-amostras que foi levado ao espectrômetro.

Após a aquisição dos espectros pelo programa Opus[®], instalado no computador acoplado ao espectrômetro, os dados foram convertidos para o formato .dpt (*data point table*). Neste formato, os dados foram abertos no programa *MicroOrigin6.0*[®], onde os espectros foram trabalhados. Neste programa, um gráfico do espectro foi plotado e sobre este era traçada a linha *baseline* (Figura 9) para a remoção da fluorescência (*background*) e correção da linha base do espectro. No espectro resultante, com a fluorescência removida, foram selecionados os modos vibracionais a 1638 cm^{-1} , representando a absorção da ligação dupla de carbono alifático, e a 1608 cm^{-1} representando a absorção da ligação dupla de carbono aromático, que permanece constante durante toda a reação de polimerização, sendo assim utilizado como padrão interno. O ajuste de curva destes dois picos foi realizado utilizando-se a forma *Lorentzian* (Figura 10), o qual fornece automaticamente os seguintes parâmetros: altura, largura e frequência de cada pico.

⁹ Bruker Inc., Karlsruhe, Germany.

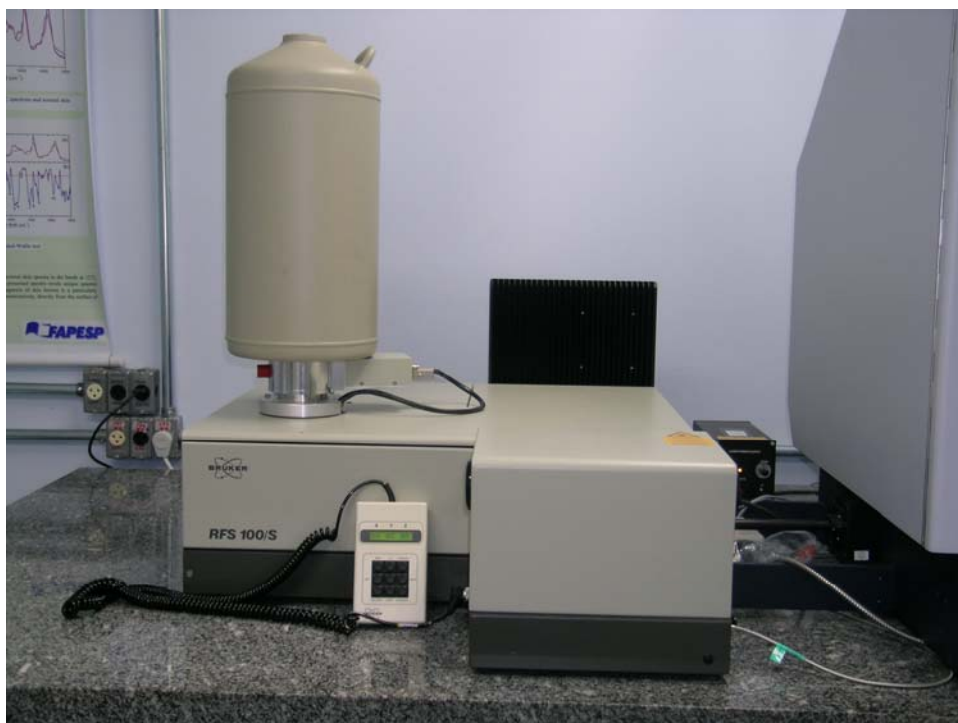


Figura 7 - Espectrômetro FT-Raman.

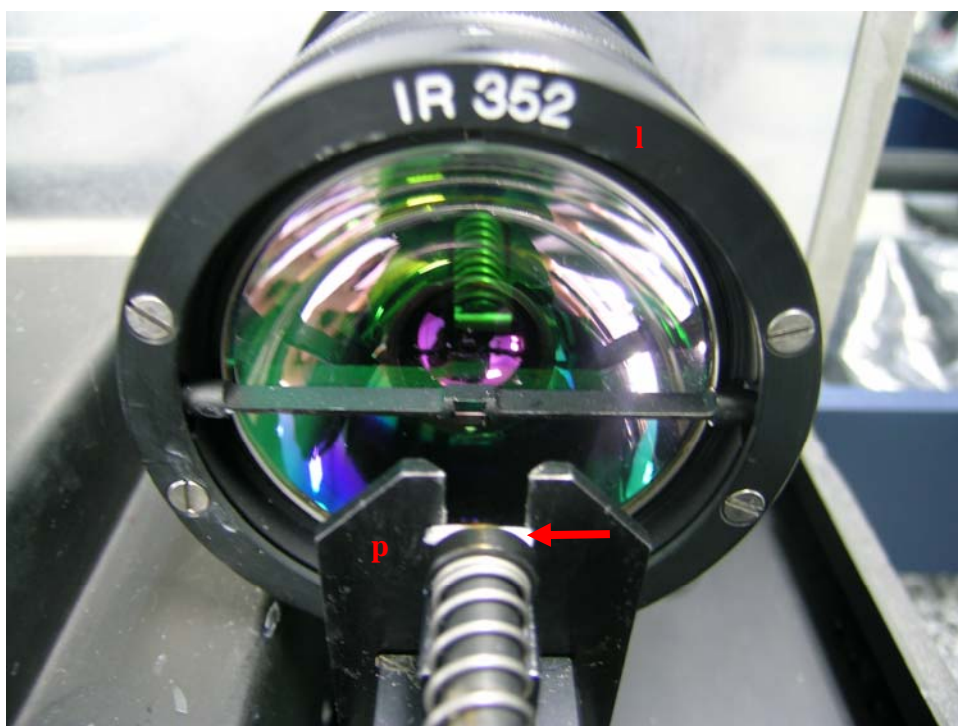


Figura 8 – Amostra (seta) posicionada no porta-amostras (p) para ser excitada pelo laser de Nd:YAG (l).

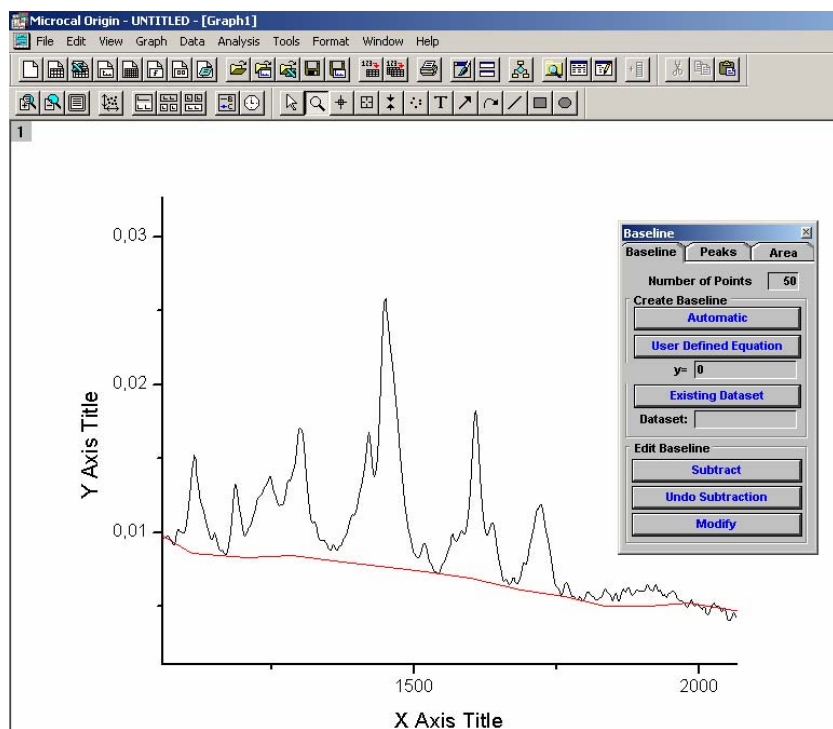


Figura 9 – Traçado da linha *baseline* sobre o espectro.

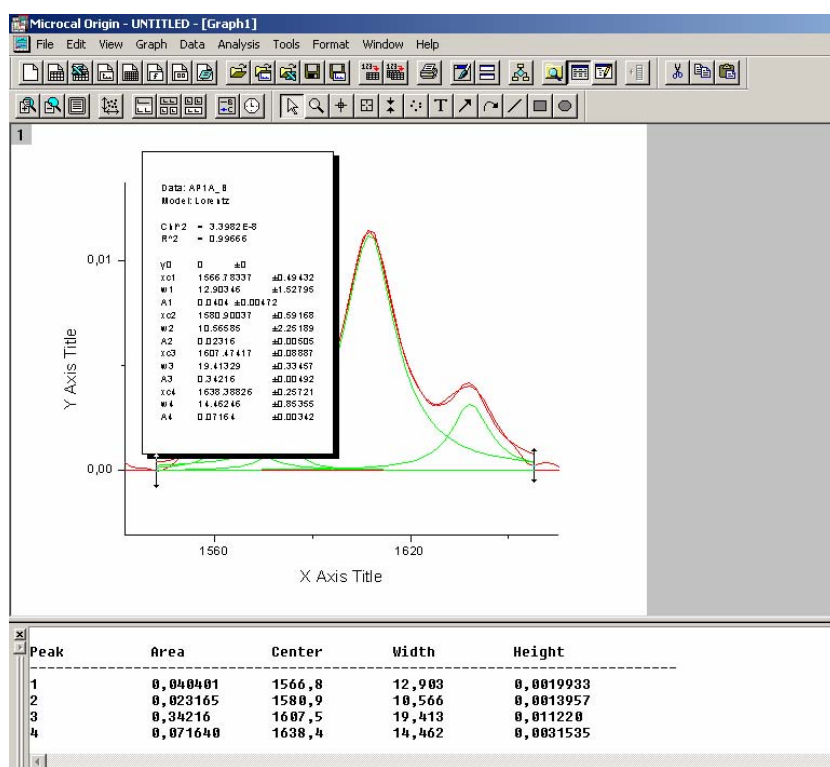


Figura 10 – Ajuste da curva na forma *Lorentzian* que fornece os parâmetros área, largura, altura e centro, sendo os dois últimos utilizados no cálculo do grau de conversão.

O cálculo do grau de conversão do cimento foi realizado medindo-se a altura da absorção no máximo dos picos a 1638 e 1608 cm^{-1} (Figura 11). Estes valores foram lançados na equação 1, abaixo descrita:

Equação 1 – Fórmula para o cálculo do grau de conversão.

$$\text{GC} = 100\% - \frac{\text{abs (C=C alifático) do cimento polimerizado}}{\text{abs (C=C alifático) do cimento não polimerizado}} * 100\%$$

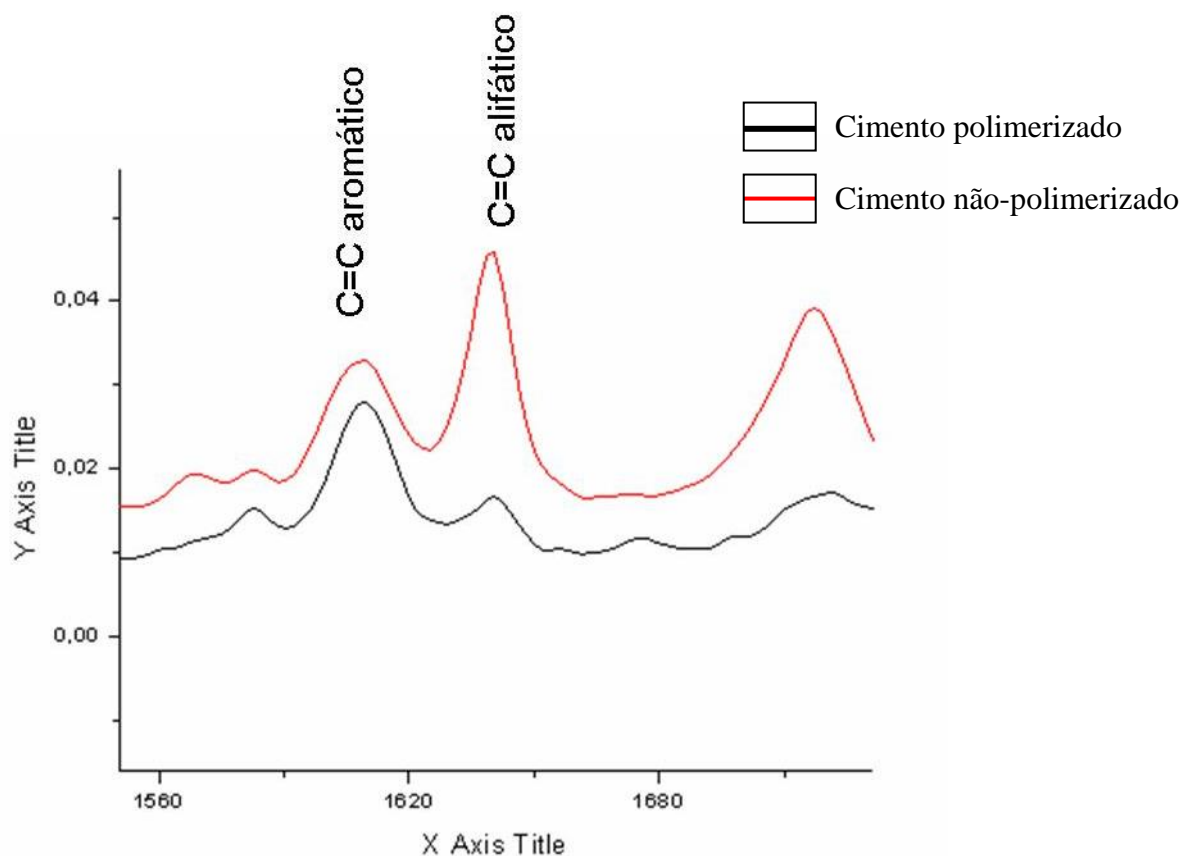


Figura 11 - Espectros do cimento resinoso não-polimerizado e polimerizado.

4.2 Ensaio de resistência de união por *push-out*.

Para o teste de resistência ao teste de *push-out*, os fatores em estudo foram os tipos de pino intra-radicular, em dois níveis (Quadro 2), e os procedimentos adesivos, em seis níveis (Quadro 3), sendo a variável resposta a resistência de união expressa em Mega Pascal (MPa), medida em três profundidades diferentes. As unidades experimentais utilizadas nesta parte do trabalho foram raízes de incisivos bovinos. Os materiais utilizados para a cimentação dos pinos intra-radiculares estão descritos no Quadro 4 e ilustrados na figuras 12, 13, 14 e 15.

Quadro 3.

Procedimentos adesivos.

Níveis	Descrição
PB	Prime&Bond 2.1 ¹⁰
PB + SC	Prime&Bond 2.1 + Self-cure activator ¹¹
PB + SBMP	Prime&Bond 2.1 + adesivo do sistema Scotchbond Multi-Purpose ¹²
BB	Brush&Bond ¹³
BB + CAT	Brush&Bond + catalisador químico ¹³
BB + SBMP	Brush&Bond + adesivo do sistema Scotchbond Multi-Purpose

¹⁰ Dentsply DeTrey, Konstanz, Germany.

¹¹ Dentsply Indústria e Comércio Ltda, Petrópolis, RJ, Brasil.

¹² 3M ESPE Dental Products Division, St Paul, MN, USA.

¹³ Parkell Products Inc., Farmingdale, NY, USA.

Quadro 4.

Classificação e composição dos sistemas adesivos utilizados.

Nome Comercial	Classificação	Composição *
Prime & Bond 2.1	Sistema de união convencional dois passos	Monômeros dimetacrilatos elastoméricos, PENTA, hidrofluoreto de cetilamina, acetona, fotoiniciadores e estabilizadores.
Self-cure activator	Ativador de reação química	Sulfinato aromático de sódio, acetona e etanol
Scotchbond Multi-purpose - adhesive	Adesivo do sistema de união convencional de três passos	Bis-GMA, TEGDMA e fotoiniciadores
Brush & Bond	Sistema de união Autocondicionante de passo único	4 – META, MMA, Triacrilato, fotoiniciador, estabilizador, acetona e água
Brush & Bond – Brushes	aplicador impregnado por catalisadores químicos	Fios de nylon, p-TSNa e NPG-Na
RelyX ARC	Cimento resinoso dual	Pasta A – Bis-GMA, TEGDMA, pigmentos, Carga de Sílica/Zircônia, polímero dimetacrilato, amina e fotoiniciador. Pasta B – Bis-GMA, TEGDMA, polímero dimetacrilato, Carga de Sílica/Zircônia, peróxido de benzofila.

*Abreviações - PENTA: Monofosfato de Dipentaeritritol Pentacrilato, Bis-GMA: Bis-fenol A diglicidimetacrilato, TEGDMA: trietileno glicol dimetacrilato, 4-META: 4-metacriloxi-etil-trimetacrilato-anidro, MMA: metil meacrilato, p-TSNa: p-toluenosulfinato de sódio e NPG Na: N-fenilglicinato de sódio.



Figura 12 – Sistema de união Brush&Bond.



Figura 13 – Sistema de união Prime&Bond 2.1 e Self-cure activator.



Figura 14 – Adesivo do Scotchbond Multi-Purpose.



Figura 15 – Cimento resinoso dual RelyX ARC.

4.2.1 Tratamento endodôntico e preparo do canal para receber o pino

Para a realização deste trabalho foram utilizadas raízes de incisivo bovinos armazenadas em solução de timol 0,1%. Após a limpeza dos dentes com lâmina de bisturi e curetas periodontais, as coroas foram removidas com o auxílio de um disco diamantado dupla face¹⁴ acoplado a uma peça reta¹⁵ operando em baixa rotação. O seccionamento foi realizado de maneira a obter 17 mm de remanescente radicular, aferidos com paquímetro digital¹⁶. Em seguida, foram selecionadas as sessenta raízes que mais se assemelhassem morfológicamente. Foram utilizados, como critérios de exclusão, a presença do ápice radicular aberto, curvatura excessiva e grande diâmetro do canal radicular. Nesse último item, eram excluídas as raízes em que a broca “pré-modeladora”, fornecida pelo fabricante dos pinos, entrava passivamente na abertura do canal radicular. As raízes selecionadas foram então colocadas aleatória e individualmente em tubos plásticos *ependorf*, numerados de um a sessenta, preenchidos por água destilada.

Em seguida, o canal de cada raiz recebeu tratamento endodôntico. O canal radicular foi instrumentado com limas endodônticas tipo Kerr¹⁷, através da técnica escalonada, até a lima # 60, sendo feita irrigação do canal entre cada lima com líquido de Dakin (hipoclorito de sódio 0,5%). O comprimento de trabalho foi definido em 16 mm. Em seguida, o canal radicular foi obturado pela Técnica de Condensação Lateral com cones de guta-percha¹⁸ e cimento endodôntico Sealer 26¹⁸, à base de hidróxido de cálcio. A broca Gates-Gliden¹⁷ #3 e as fornecidas pelo fabricante dos pinos intra-radiculares foram utilizadas para a desobturação e preparo do canal radicular. Após receberem tratamento endodôntico (Figura 16D), as raízes ficaram armazenadas em água destilada em uma estufa a 37° por 48 horas. Decorridos esse período, a desobturação foi realizada com a broca Gates

¹⁴ KG Sorensen, São Paulo, SP, Brasil

¹⁵ Kavo do Brasil Ind. e Com. Ltda., Joinville, SC, Brasil.

¹⁶ Digimess Instrumentos de Precisão Ltda, São Paulo, SP, Brasil.

¹⁷ Dentsply - Maillefer Instruments SA, Ballaigues, Switzerland.

¹⁸ Dentsply Indústria e Comércio Ltda, Petrópolis, RJ, Brasil.

Gliden até o comprimento de 12 mm, controlados através de um cursor (Figura 16A e E). Em seguida, uma broca “pré-modeladora” fornecida pelo fabricante correspondente ao pino selecionado (#3), com corte apenas na extremidade, foi utilizada no mesmo comprimento (Figura 16 B). E por fim, foi utilizada a broca de “acabamento” fornecida pelo fabricante, com corte apenas lateral para a determinação do diâmetro final do preparo (Figura 16C e F).

Entre a utilização de cada broca, o canal era irrigado com líquido de Dakin com o auxílio de uma seringa para irrigação. Ao fim do preparo do canal, o mesmo foi lavado com água destilada. A água foi removida através de uma cânula de sucção e o canal seco com jato de ar e cones de papel absorvente, utilizados até que o último cone retornasse seco.

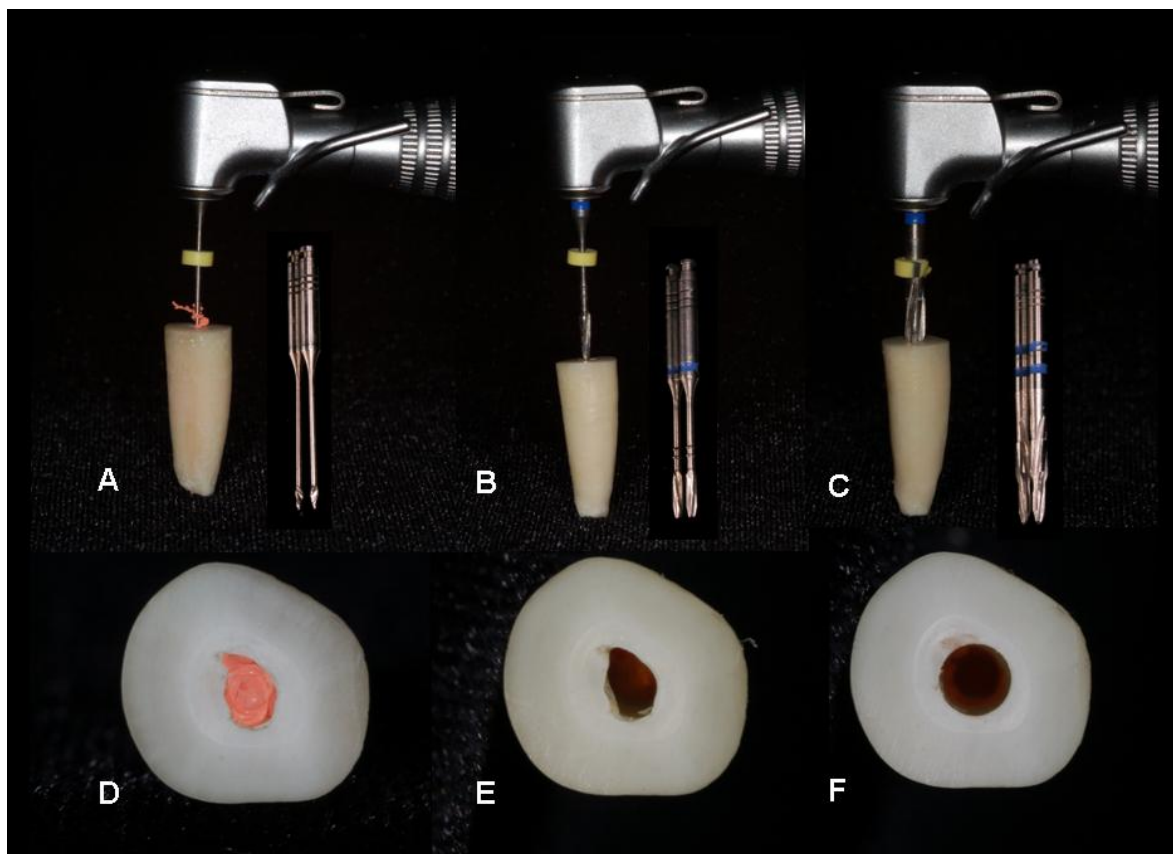


Figura 16 – Desobturação e preparo do canal radicular. A – broca de Gates-Gliden; B – broca pré-modeladora, C – broca de acabamento, D – canal obturado, E – gutta-percha removida e F – canal preparado.

4.2.2 Procedimentos adesivos

Previamente aos procedimentos adesivos e de cimentação dos pinos, os tubos *ependorfs* numerados contendo as raízes foram divididos aleatoriamente em cinco blocos de 12 tubos cada, seguindo a ordem numérica. Ou seja, os tubos numerados de um a doze faziam parte do primeiro bloco, os tubos de treze a 24 do segundo, e assim por diante. Em seguida, foi feito um sorteio dentro de cada bloco para estabelecer o grupo experimental designado para cada raiz. Os procedimentos de cimentação dos pinos seguiram a ordem de numeração de cada raiz.

Para o procedimento de cimentação, as raízes foram envolvidas com uma lâmina de cera rosa número sete, ficando apenas a superfície cervical exposta. O objetivo do envolvimento das raízes foi evitar que a luz do aparelho fotopolimerizador pudesse passar através da dentina radicular e interferir na polimerização do adesivo ou do cimento. Os procedimentos adesivos foram realizados de acordo com cada grupo experimental da forma descrita a seguir:

PB: O ácido fosfórico 37%¹⁹ foi aplicado dentro do canal radicular e, após 15s, foi removido com jatos de água aplicados através de uma seringa de irrigação. Em seguida o excesso de água foi removido com cones de papel absorvente (Figura 17A). O adesivo Prime & Bond 2.1 foi aplicado sobre as paredes do canal com um aplicador *microbrush*²⁰ (Figura 17B) e, após 20s, o excesso foi removido com um cone de papel absorvente. Um leve jato de ar foi aplicado por 5s para facilitar a eliminação do solvente. Após a segunda aplicação e nova eliminação do solvente, o adesivo foi fotoativado através de um pino plástico condutor de luz Luminex²¹ (Figura 17C) por 40s através do aparelho Optilux 501 (Figura 17D). A utilização deste pino teve por objetivo aumentar a quantidade de luz do aparelho fotoativador nas regiões apicais do canal.

PB + SC: Foram realizados os mesmos passos descritos anteriormente para a aplicação e fotoativação do sistema Prime & Bond 2.1. Entretanto, previamente à aplicação

¹⁹ Dentsply Indústria e Comércio Ltda, Petrópolis, RJ, Brasil.

²⁰ Optimum microbrush original - fino, Microbrush Corp., Grafton, USA.

²¹ Dentatus, New York, NY, USA.

do adesivo, o mesmo foi dispensado em um pote Dapen juntamente com o ativador químico self-cure activator, na proporção adesivo/ativador de 1:1, e misturados.

PB + SBMP: Após a aplicação e fotoativação do sistema Prime & Bond 2.1, da mesma forma descrita em PB, o adesivo do sistema Scotchbond Multi-purpose foi aplicado sobre a dentina hibridizada com auxílio de um *microbrush*. O excesso foi removido com um cone de papel absorvente e o adesivo foi fotoativado através do pino Luminex, da mesma forma descrita anteriormente.

BB: O adesivo do sistema Brush & Bond foi aplicado através de um *microbrush* convencional do mesmo utilizado para os outros sistemas sobre as paredes do canal radicular de forma ativa durante 20s. Após esse período, foi aplicado um jato de ar por 3s para auxiliar a evaporação de solvente. Uma nova camada de adesivo foi aplicada e o excesso foi removido com um cone de papel absorvente. Em seguida foi feita a fotoativação da mesma maneira já descrita para o Prime & Bond 2.1.

BB + CAT: O adesivo Brush & Bond foi dispensado em um casulo de manipulação e agitado com um *microbrush*, fornecido pelo fabricante, impregnado com ativadores químicos. Com o auxílio do mesmo *microbrush*, o adesivo foi aplicado na dentina do canal radicular de forma ativa por 20s. Após a eliminação dos excessos e evaporação do solvente com um leve jato de ar por 3s, foi feita uma segunda aplicação e a fotoativação do adesivo da mesma maneira já descrita.

BB + SBMP: Após a aplicação e fotoativação do adesivo Brush & Bond, da mesma maneira descrita para os grupos BB e BB + CAT, o adesivo do sistema Scotchbond Multi-purpose foi aplicado sobre a dentina hibridizada com um *microbrush*. O excesso do adesivo foi removido e este fotativado através do pino Luminex, da mesma forma descrita para os outros grupos.

4.2.3 Cimentação dos Pinos

A fim de melhorar a união do cimento resinoso aos pinos intra-radiculares, estes foram colocados individualmente em tubos *ependorfs* contendo uma solução de

peróxido de hidrogênio 20%²² durante 10 minutos. Após esse período, os pinos foram removidos e lavados em água corrente por 30s. Os pinos foram então secos com jatos de ar e sobre toda a sua superfície foi aplicado o silano Ceramic primer²³ através de um *microbrush*.

Para a cimentação do pino, quantidades iguais das pastas base e catalisadora do cimento resinoso RelyX ARC foram dispensadas sobre um placa de vidro e foram misturados durante 10s. O cimento manipulado foi inserido no canal radicular através de um espiral lentulo montado em um contra-ângulo²⁴ em baixa rotação (Figura 17E) e aplicado também sobre o pino. O pino foi então inserido centralizado no canal e pressionado por 10s, sendo o excesso de cimento removido com uma espátula de inserção número um. A fotoativação do cimento resinoso foi realizada por 40s pelas faces vestibular e palatina, totalizando 80s, buscando simular uma situação clínica, através do aparelho Optilux 501. Para isso, a ponta do aparelho fotopolimerizador foi posicionada formando um ângulo de 45° com a superfície do pino (Figura 17F). Após a fixação dos pinos, a cera rosa número 7 foi removida (Figura 17G) e as amostras colocadas nos tubos *ependorfs* imersas em água destilada. Em seguida as amostras foram levadas a uma estufa a 37° C onde permaneceram por sete dias.

4.2.4 Preparo das amostras para o teste de *push-out*

Após esse período, as amostras foram fixadas em placas de acrílico com cera pegajosa de forma que o longo eixo do pino ficasse paralelo à superfície da placa e perpendicular à uma das arestas da mesma. Em seguida, as placas foram fixadas a uma cortadeira metalográfica de precisão²⁵ e, através de um disco diamantado de alta concentração²⁶, foram realizados seis cortes paralelos entre si no sentido vestíbulo-apical de

²² Proderma farmácia de manipulação Ltda, Piracicaba, SP, Brasil

²³ 3M ESPE, St Paul, MN, USA.

²⁴ Kavo do Brasil Ind. e Com. Ltda., Joinville, SC, Brasil.

²⁵ Isomet 1000; Buehler, Lake Bluff, IL, USA.

²⁶ Extec Corp., Enfield, CT, USA.

forma a obter uma secção de aproximadamente 1 mm de espessura em cada um dos terços – cervical, médio e apical (Figuras 18A e B). Apesar dos cortes distarem 1,5 mm, essa espessura era obtida em função do desconto da espessura do disco diamantado, que é de 0,3 mm. Os cortes foram feitos nas seguintes distâncias a partir da superfície cervical da raiz: 1; 2,5; 5; 6,5; 9 e 10,5 mm (Figura 18C). Algumas secções não utilizadas para o ensaio de *push-out* foram utilizadas para a realização de fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura (MEV) das interfaces de união (Figura 18C).

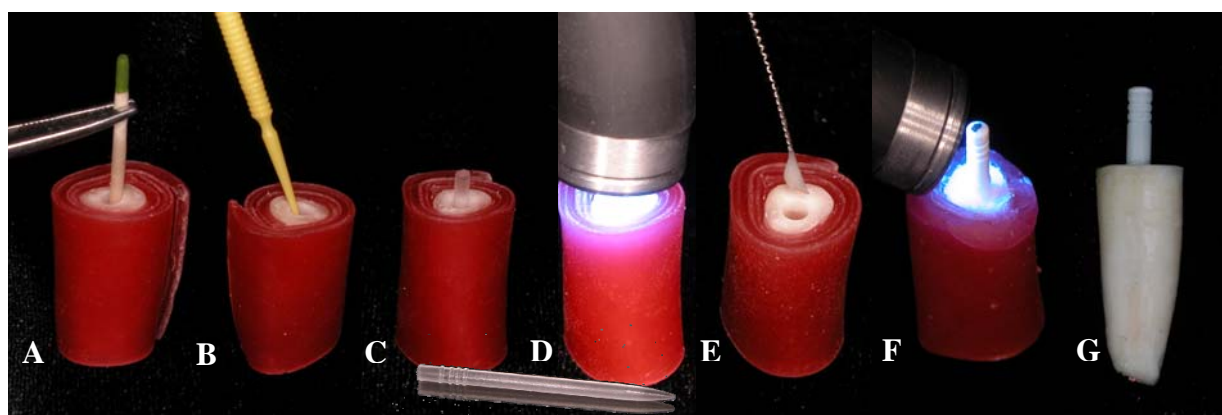


Figura 17 – (A) Secagem do canal radicular com cone de papel absorvente, (B) aplicação do adesivo com *microbrush*, (C), posicionamento do pino do sistema Luminex, (D) fotoativação do adesivo, (E) inserção do cimento resinoso com a espiral Lentulo, (F) fotoativação do cimento resinoso e (G) pino Aestheti-Post cimentado.

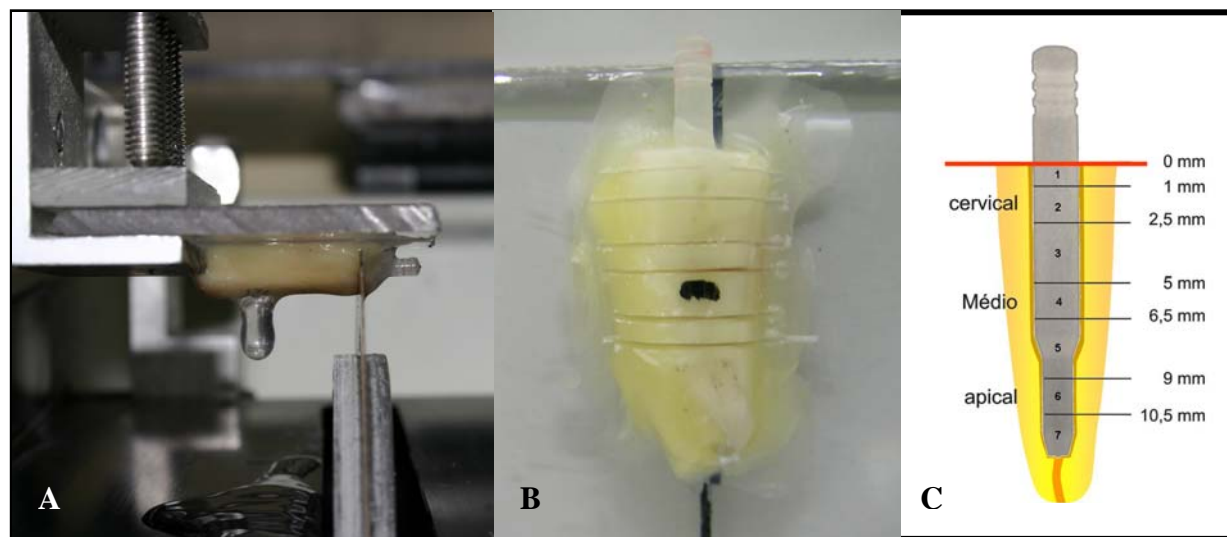


Figura 18 – (A) Seccionamento da raiz, (B) raiz seccionada e (C) localização das distâncias dos cortes (direita em mm) e das fatias utilizadas no teste de *push-out* (números pares) e na análise das interfaces em MEV (números ímpares).

4.2.5 Ensaio de *push-out*

Para a execução do teste de *push-out*, as secções das amostras (Figura 19A) foram posicionadas em uma base metálica em aço inoxidável fixa a Máquina de Ensaio EMIC DL 50²⁷. A base metálica possuía um orifício de 3,0 mm de diâmetro na região central e as amostras foram posicionadas de forma que a parte correspondente ao pino ficasse na mesma direção do orifício. Uma haste metálica com ponta ativa de 1,0 mm de diâmetro fixada à célula de carga (50 KN) era então posicionada sobre o centro do pino e o ensaio de *push-out* conduzido a uma velocidade de 0,5 mm/min (Figura 19B). A força máxima exercida para o deslocamento era obtida em quilograma/Força (kgF) e convertida em MegaPascal (MPa), possibilitando a comparação entre os terços, uma vez que o pino no terço apical apresenta um menor diâmetro e, assim, menor área de adesão. A fórmula para a conversão utilizada foi a seguinte: $\text{MPa} = \text{KgF} \cdot 9,8 / \text{área}$. Sendo que a área foi calculada em função do diâmetro do pino e da espessura da secção. Assim, $\text{área} = \pi \cdot d \cdot h$, em que $\pi = 3,1416$, d = diâmetro do pino e h = altura da secção radicular. O diâmetro do pino foi de 2,1 mm nos terços cervical e médio, e de 1,4 mm no terço apical. Já altura de cada secção foi mensurada através de um paquímetro digital com precisão de 0,01 mm.

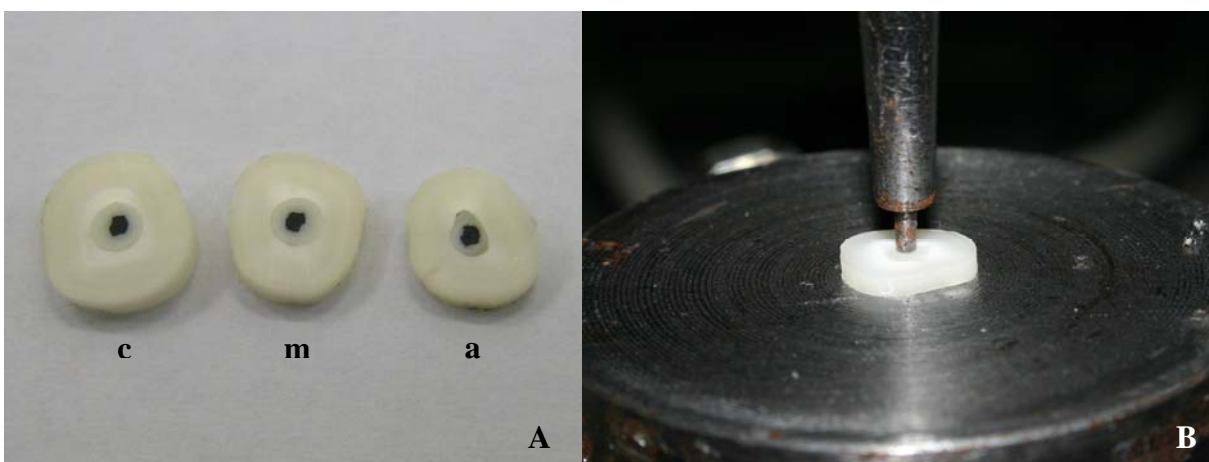


Figura 19 – (A) Fatias equivalentes aos terços cervical (c), médio (m) e apical (a) para o ensaio de *push-out* (B).

²⁷ EMIC Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda, São José dos Pinhais. PR, Brasil.

4.2.6 Análise do padrão de fratura

Para a análise do padrão de fratura, as amostras fraturadas foram levadas a um estereomicroscópio Leica DFC 280²⁸ com aumento de até 50X. Uma câmera de vídeo CCD modelo MCC 4041²⁹ (*charge-coupled device*) foi acoplada à lupa e ligada a um computador, permitindo que as imagens obtidas fossem transmitidas a este onde eram armazenadas. Foram feitas imagens nos dois lados da amostra, pelo lado da saída do pino e pelo lado oposto, sendo que em um lado o foco era ajustado sobre a superfície do pino e, no outro, sobre a superfície da dentina. O padrão de fratura foi classificado da seguinte forma:

Tipo I – Fratura na interface pino/cimento resinoso;

Tipo II – Fratura mista;

Tipo III – Fratura na interface cimento resinoso/dentina.

4.2.7 Microscopias das interfaces de união

Uma fatia por profundidade de cada grupo, procedimento adesivo x pino intra-radicular, foi utilizada para análise das interfaces de união em MEV. Para facilitar a manipulação e o polimento das amostras elas foram incluídas em resina epóxica. Após a presa da resina epóxica³⁰, as amostras receberam acabamento através de lixas SiC montadas em uma politriz elétrica giratória Maxigrind³¹ sob irrigação constante de água. As lixas eram utilizadas em ordem decrescente de granulação, # 600, 1200 e 2000, durante 5 minutos cada. Após isso, elas foram polidas com panos de feltro³², associados com as respectivas pastas de polimento²⁷ com partículas de diamante em ordem decrescente de granulometria diluídas em óleo lubrificantes²⁷. Para a pasta de 6µm foi utilizado o pano

²⁸ Leica microsystems, Wetzlar , Germany.

²⁹ Mythos Corp., Chungnam, Republic of South Korea.

³⁰ Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA.

³¹ Solotest, São Paulo, SP, Brasil.

³² Arotec S/A indústria e Comércio, Cotia, SP, Brasil.

TOP, para a de 3µm o pano RAM, e para as pastas de um e ¼ µm o pano SUPRA. O polimento com as pastas também foi realizado através de uma politriz elétrica giratória, durante 15 minutos para cada pasta. Entre a utilização de cada lixa e pasta de polimento e após todos os procedimentos de acabamento e polimento, as amostras eram imersas por 10 minutos em um ultra-som Ultrasonic cleaner 1440D³³ com água destilada.

Após o polimento, as amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 50%³⁴ por 15s para remoção da dentina mineralizada que cobria os *tags* resinosos. Em seguida elas foram imersas em solução de hipoclorito de sódio a 10%²⁹ durante 10 minutos, visando remover as fibrilas colágenas expostas após o condicionamento ácido. Realizado o tratamento das amostras elas foram secas em uma estufa a 70° C, durante uma hora, antes de serem metalizadas. Para a metalização, as amostras foram fixadas em *stubs* através de fita de carbono dupla-face³⁵. Estas foram então cobertas com uma fina camada de ouro através de uma metalizadora MED 10³⁶, utilizando uma corrente de 45mA por 120s. Em seguida foram levadas a um microscópio eletrônico de varredura (MEV) LEO VP 435³⁷ para a captura das imagens das interfaces.

Uma raiz bovina adicional foi utilizada para a mensuração da espessura do cimento resinoso utilizado na cimentação dos pinos, possibilitando o cálculo estimado do fator de configuração cavitário (Fator-C). Após o tratamento endodôntico e preparo do canal radicular para receber o pino, da mesma maneira descrita anteriormente, um pino Aesthetic-Post foi cimentado ao canal radicular utilizando o cimento resinoso RelyX ARC combinado com o sistema de união Prime&Bond 2.1. Vinte e quatro horas após a cimentação, a amostra foi seccionada ao meio, paralelo ao longo eixo, através de um disco diamantado dupla face montado em uma peça reta. Em seguida, as hemi-seções receberam acabamento e polimento da mesma maneira descrito anteriormente. As amostras foram

³³ Odontobrás Ind. Com. de Equipamentos Odontológicos Ltda, Ribeirão Preto, SP, Brasil.

³⁴ Proderma farmácia de manipulação Ltda, Piracicaba, SP, Brasil

³⁵ Electron Microscopy Sciences, Washington, USA.

³⁶ Balzers Union, Fürstentum, Liechtenstein.

³⁷ Carl-Zeiss NTS, Oberkochen, Germany.

então metalizadas e levadas ao MEV para a mensuração da espessura do cimento resinoso nos terços cervical, médio e apical.

4.2.8 Análise Estatística

Os dados da mensuração do grau de conversão foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) de um fator (pino intra-radicular) com parcela sub-dividida (profundidade). Já os dados do teste de *push-out* foram submetidos à Análise de Variância de dois fatores (procedimento adesivo e pino intra-radicular) com parcela sub-dividida (profundidade). Foi utilizado um nível de significância de 95% para as duas análises.

5 RESULTADOS

Na análise de grau de conversão, a Análise de Variância mostrou que houve efeito significativo para os fatores pino ($p < 0,001$) e profundidade ($p < 0,001$). Já a para a interação entre os dois fatores, o valor de p ficou muito próximo do nível de significância ($p = 0,0532$). Em virtude disso, foi considerada significativa a interação dupla. Para comparação múltipla entre as médias foi utilizado o teste de Tukey e os resultados estão descritos na tabela 1.

Tabela 1.

Média de grau de conversão em % (desvio padrão).

	Aestheti-Post (n=5)	Light-Post (n=5)
Cervical	55,20 (4,21) Aa	69,80 (4,44) Aa
Médio	36,00 (6,12) Bb	56,00 (4,48) Aa
Apical	29,00 (5,09) Ab	36,40 (10,04) Ab

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$)

Para o pino Aestheti-Post, o cimento resinoso apresentou a maior média de grau de conversão no terço cervical, sendo que nos outros dois terços as médias não apresentaram diferença estatística significativa. Para o pino Light-Post, o grau de conversão do cimento no terço médio não diferiu de forma significativa do alcançado no terço cervical. Já no terço apical, o cimento resinoso apresentou as menores médias de grau de conversão. Comparando os pinos, apenas no terço médio houve diferença estatística significativa. Nessa região, o cimento resinoso fotoativado através do pino Light-Post apresentou a maior média de valor de conversão.

No teste de *push-out*, a Análise de Variância mostrou que não houve efeito significativo para o fator pino ($p=0,5949$). Entretanto, houve diferença significativa para os fatores profundidades ($p=0,0182$) e procedimento adesivo ($p=0,0001$). Já as

interações duplas pino x procedimento adesivo ($p=0,9441$), pino x profundidade ($p=0,6344$) e procedimento adesivo x profundidade ($p=0,8823$); e a interação tripla pino x procedimento adesivo x profundidade ($p=0,8366$) não foram significativas. Para os fatores em que houve diferença significativa, foi utilizado o teste de Tukey, com um nível de significância de 5%. Os resultados estão disponibilizados na tabela 2.

Tabela 2.

Médias de resistência à *push-out* expressos em MPa (desvio padrão).

Pino	Procedimento Adesivo	Profundidade			Tukey
		Cervical	Média	Apical	
Aestheti-Post	PB	8,21 (3,13)	5,71 (1,87)	5,45 (1,67)	c
	PB + SC	8,43 (3,68)	6,73 (1,53)	8,08 (3,50)	bc
	PB + SBM	11,28 (2,93)	11,67 (3,92)	8,23 (3,17)	ab
	BB	7,96 (2,91)	7,93 (1,74)	7,08 (3,48)	bc
	BB + CAT	11,59 (3,69)	8,99 (4,41)	9,48 (4,44)	ab
	BB + SBM	10,02 (4,37)	12,85 (4,97)	9,69 (2,83)	a
Light-Post	PB	7,59 (4,18)	6,28 (3,67)	5,07 (2,98)	c
	PB + SC	7,13 (2,75)	7,64 (3,89)	6,71 (3,85)	bc
	PB + SBM	8,79 (4,15)	9,33 (4,80)	8,42 (3,99)	ab
	BB	8,53 (3,88)	9,28 (3,45)	5,51 (1,16)	bc
	BB + CAT	9,08 (1,35)	11,05 (4,69)	8,77 (3,17)	ab
	BB + SBM	11,91 (3,12)	12,03 (2,98)	9,75 (1,83)	a
Tukey		A	A	B	

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas para profundidades e minúsculas para procedimento adesivo dentro de cada pino) diferem entre si pelo teste de Tukey ($p<0,05$).

Não houve diferença nos valores de resistência ao teste de *push-out* entre os terços cervical e médio. Entretanto, o terço apical apresentou os menores valores. Independente do pino utilizado, o comportamento entre os procedimentos adesivos foi o mesmo. BB + SBM apresentou a maior média, mas não apresentou diferença estatística significativa para BB + CAT e PB + SBM. Já PB apresentou a menor média de resistência ao teste de *push-out*. No entanto, não apresentou diferença significativa para PB + SC e BB. Os procedimentos adesivos utilizando BB + CAT, BB, PB + SBM e PB + SC não apresentaram diferença estatística entre si.

Os resultados da análise do padrão de fratura das amostras após o teste de *push-out* estão descritos na tabela 3. Houve algumas falhas mistas – tipo II (Figura 20), mas o predomínio foi de falhas do tipo III, ou seja, na interface entre o dente e o cimento resinoso (Figura 21). Nenhuma amostra fraturou apenas na interface entre o pino e o cimento - falha tipo I.

Tabela 3.

Padrão de Fratura

Pino	Proc. adesivo	Profundidade	Tipo I	Tipo II	Tipo III
Aestheti-Post	PB	Cervical	0	2	3
		Médio	0	2	3
		Apical	0	0	5
	PB + SC	Cervical	0	2	3
		Médio	0	1	4
		Apical	0	1	4
	PB + SBMP	Cervical	0	1	4
		Médio	0	0	5
		Apical	0	0	5
	BB	Cervical	0	2	3
		Médio	0	0	5

Continua.

Tabela 3.

Padrão de Fratura

		Apical	0	0	5
BB + CAT		Cervical	0	1	4
		Médio	0	0	5
		Apical	0	2	3
BB + SBMP		Cervical	0	2	3
		Médio	0	2	3
		Apical	0	1	4
Light-Post	PB	Cervical	0	3	2
		Médio	0	0	5
		Apical	0	0	5
	PB + SC	Cervical	0	1	4
		Médio	0	1	4
		Apical	0	1	4
	PB + SBMP	Cervical	0	0	5
		Médio	0	0	5
		Apical	0	0	5
	BB	Cervical	0	1	4
		Médio	0	1	4
		Apical	0	0	5
	BB + CAT	Cervical	0	1	4
		Médio	0	1	4
		Apical	0	0	5
	BB + SBMP	Cervical	0	1	4
		Médio	0	2	3
		Apical	0	0	5

Conclusão.

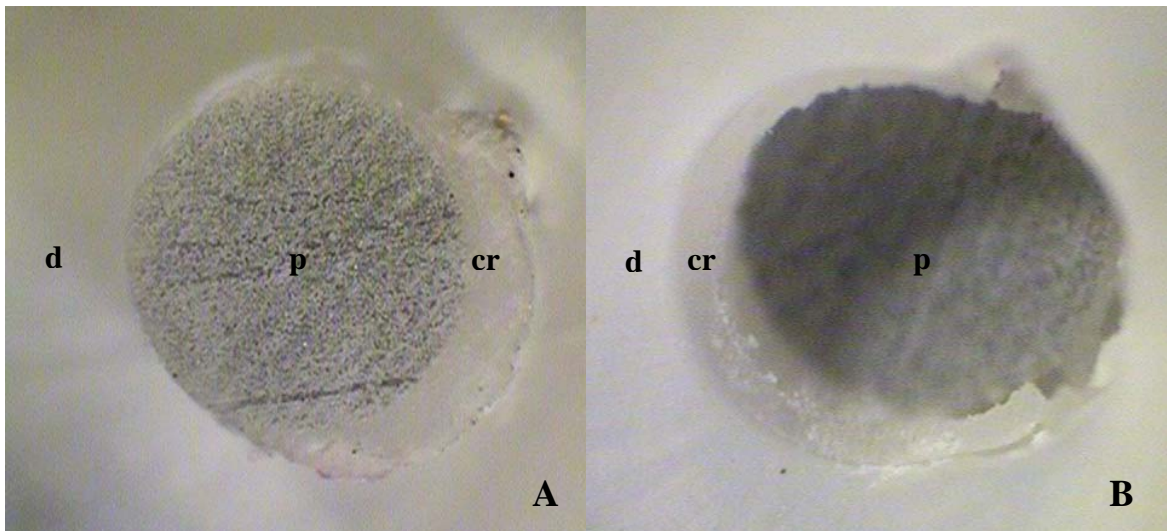


Figura 20 – Padrão de fratura tipo II – mista. Imagens feitas do lado da saída do pino (A) e do lado oposto (B). D – dentina, P – pino Light-Post e CR – cimento resinoso.

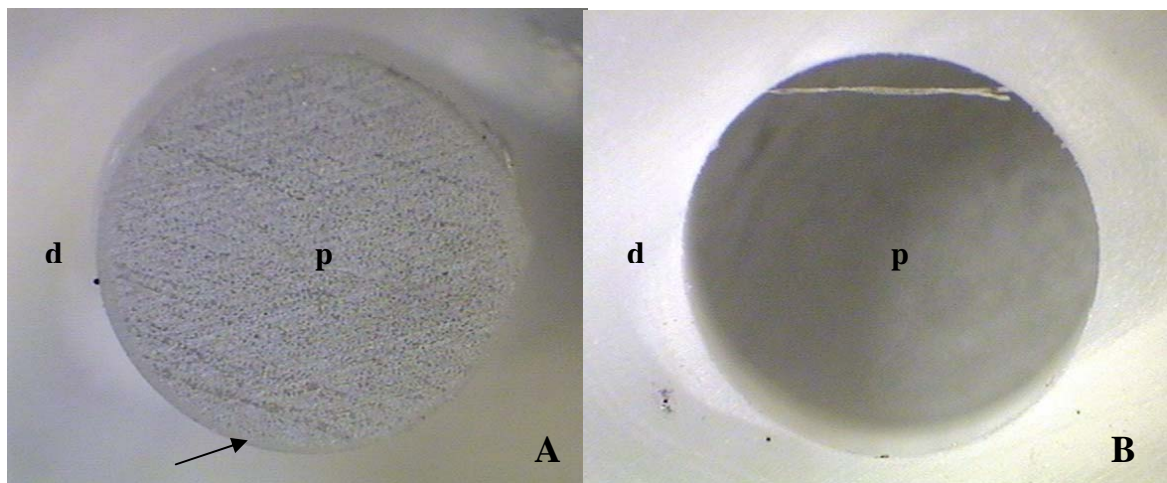


Figura 21 - Padrão de fratura tipo III - rompimento da interface cimento resinoso/dentina. Imagens feitas do lado da saída do pino (A) e do lado oposto (B). d – dentina, p – Pino Light-Post e seta – cimento resinoso.

As fotomicrografias das interfaces mostraram que o condicionamento dos pinos com peróxido de hidrogênio 20% por 10 minutos foi efetivo em proporcionar um contato mais íntimo entre o cimento resinoso e as fibras de vidro presentes no pino (Figura 22A). A análise da interface de união entre o cimento resinoso e a dentina mostrou fendas para todos os procedimentos adesivos utilizados. Para a utilização de PB (Figura 22B) e BB (Figura 22C) pode-se observar a pequena espessura da camada adesiva. Já quando se utilizou o adesivo do sistema ScotchBond Multi-purpose houve um aumento considerável da espessura da camada adesiva e a fenda foi formada entre o adesivo e o substrato dentinário (Figura 22D).

A Figura 23 mostra os valores da mensuração da espessura do cimento resinoso nos terços cervical (A), médio (B) e apical (C). No terço cervical o cimento resinoso apresentou uma espessura de aproximadamente 53µm. No terço médio houve uma redução da espessura para 37 µm, enquanto que no terço apical esta aumentou para 69 µm.

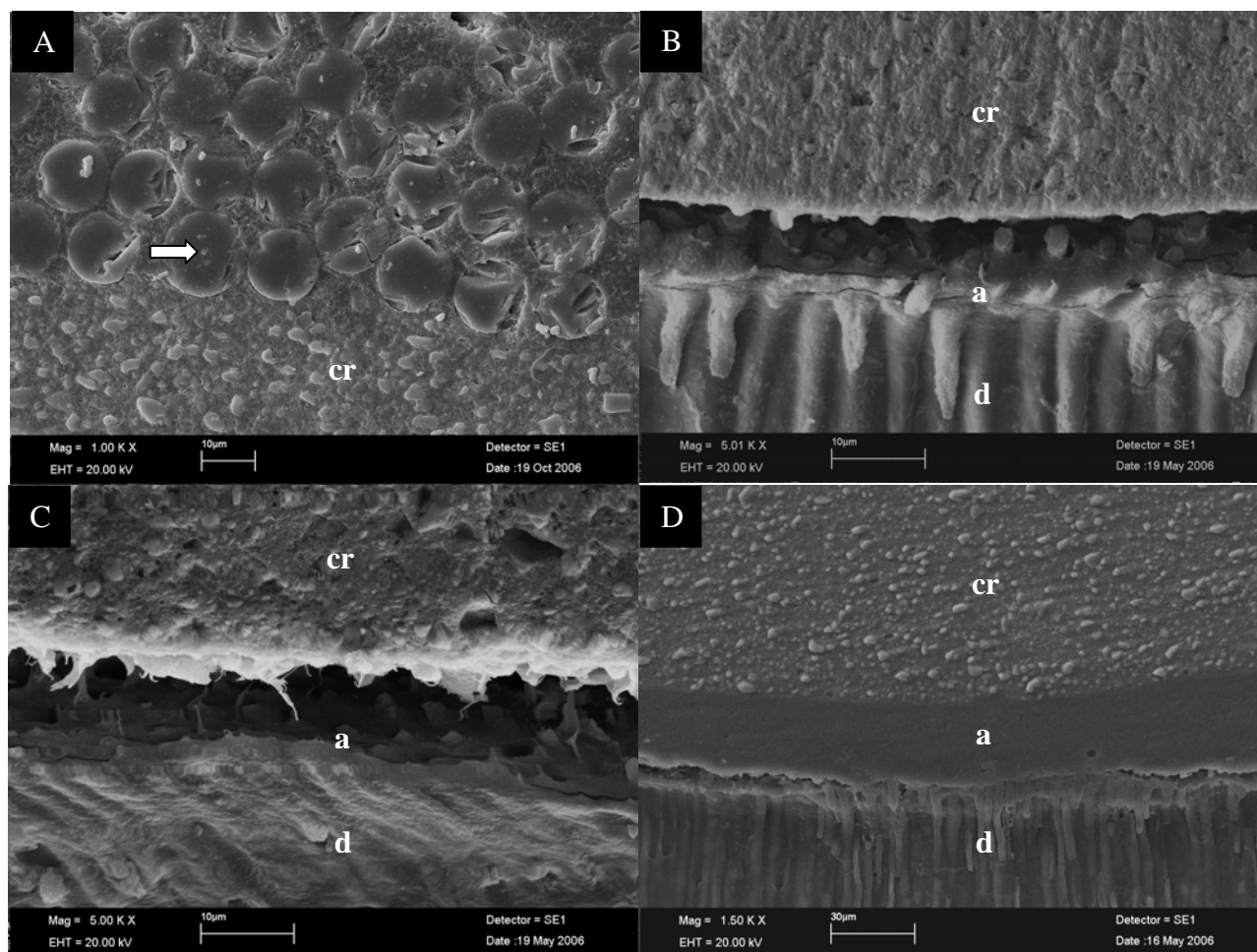


Figura 22. Fotomicrografias mostrando: (A – aumento 1000X) a intimidade do contato entre o cimento resinoso (cr) e as fibras (seta) do pino; (B – aumento de 5000X) fenda na interface entre o cimento resinoso e o adesivo (a) Prime&Bond 2.1; (C – aumento de 5000X) fenda entre o cimento resinoso e o adesivo Brush&Bond e (D – aumento de 1500X) fenda entre o adesivo do sistema ScotchBond Multi-purpose e a dentina (d) do canal radicular.

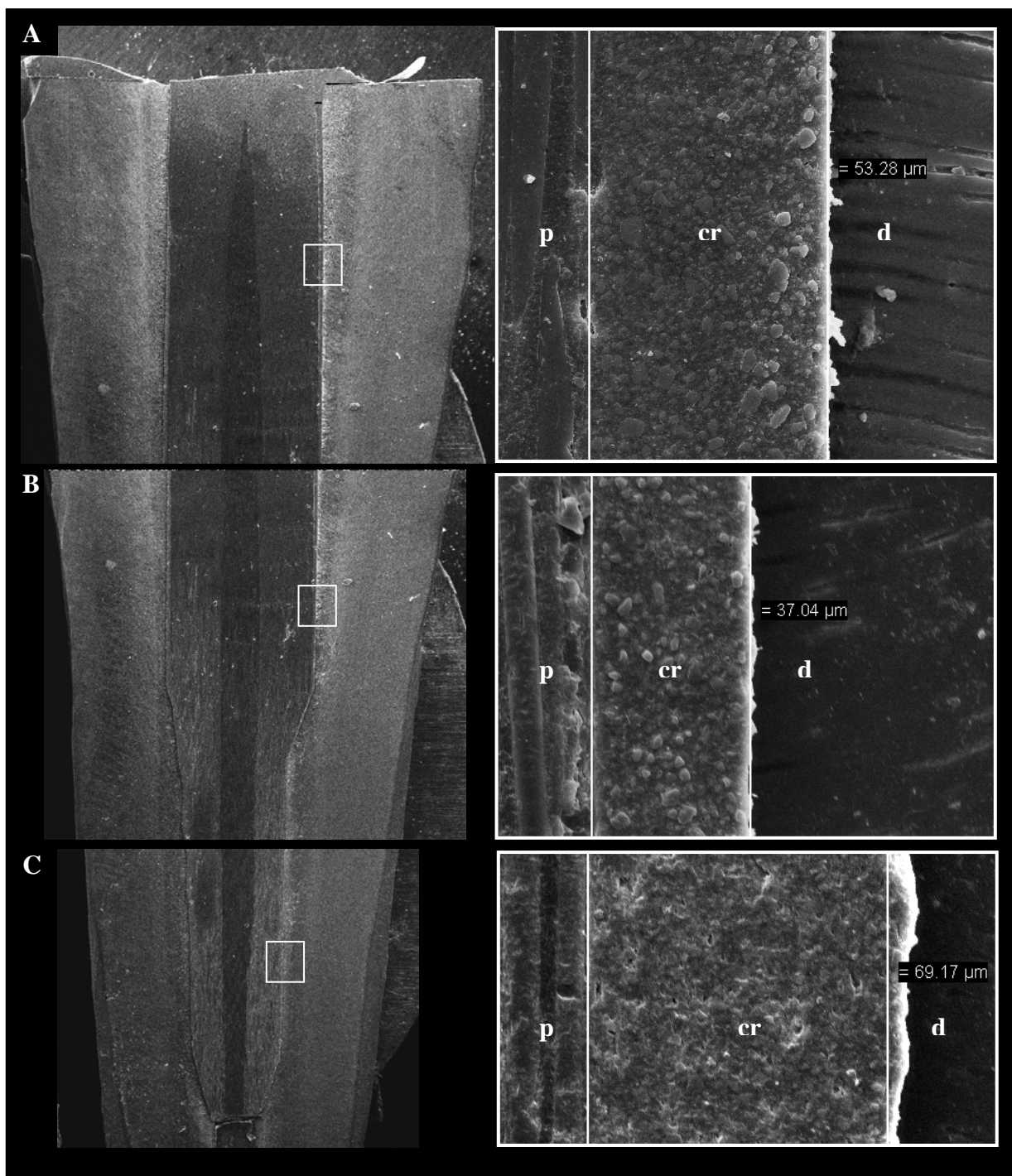


Figura 23. Fotomicrografias da mensuração da espessura do cimento resinoso. À esquerda, as imagens estão em aumento de 13X: (A) – terço cervical, (B) – terço médio e (C) – terço apical. Já à direita, as imagens estão em aumento de 500X. (p) pino, (cr) cimento resinoso e (d) dentina.

6 DISCUSSÃO

Pesquisas que avaliaram o potencial de pinos intra-radiculares translúcidos em aumentar o grau de conversão de um compósito são escassas na literatura odontológica, sendo que a maioria mensurou o grau de conversão de resinas compostas fotopolimerizáveis. Em alguns desses trabalhos, o grau de conversão foi avaliado através de teste de microdureza Knoop (Yodas & Alaçam, 2005; Roberts *et al.*, 2004) da resina composta ou da mensuração da sua profundidade de polimerização através de um indicador “digimatic”, que quantifica o deslocamento de um instrumento posicionado sobre esta (Lui *et al.*, 1994). Estas duas metodologias avaliam, na verdade, uma propriedade mecânica do material denominada dureza, ou seja, a sua capacidade de resistir à penetração de alguma carga. Tendo em vista que um maior grau de conversão do polímero leva a um aumento das suas propriedades mecânicas, incluindo uma maior dureza (Lovell *et al.*, 2001), essas metodologias mensuram o grau de conversão de uma maneira indireta. Entretanto, estas propriedades também dependem da densidade da rede polimérica (ciclização e ligações cruzadas), que não é equivalente ao grau de conversão.

Le Bell *et al.* (2003) utilizaram duas metodologias para avaliar a capacidade um pino de fibra de vidro em aumentar a conversão de um compósito. Os autores encontraram uma boa correlação entre os valores de dureza Vicker e o grau de conversão do compósito, mensurado através de espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FT-IR). Para essa mensuração foi utilizada uma mesa atenuadora, sobre a qual era colocado um compósito fotopolimerizável e a ponta do aparelho fotopolimerizador era posicionada sobre um cilindro de resina acrílica tendo um pino de fibra de vidro posicionado no centro. Entretanto, nesta técnica, o compósito que era fotoativado não envolvia o pino, que é o que ocorre com o cimento resinoso em uma situação clínica. Além da espectroscopia no infravermelho, outra técnica de mensuração direta do grau de conversão de um polímero é a espectroscopia de Raman, que se baseia no espalhamento Raman das moléculas.

O espalhamento Raman acontece quando fótons (partículas de luz) se chocam com as moléculas de uma amostra. De modo simplificado, podemos supor que a molécula é um conjunto de átomos ligados uns aos outros por forças de origem elétrica. Essas ligações

podem ser simbolizadas por pequenas "molas" entre os pares de átomos. Um fóton que atinge uma molécula pode ser espalhado, isto é, ter sua direção modificada, podendo esse espalhamento ser realizado de duas formas. Se no choque com a molécula, o fóton espalhado conserva praticamente toda a energia inicial que tinha antes do choque, este tipo de espalhamento é chamado de espalhamento elástico. No entanto, o fóton pode excitar a molécula, cedendo a ela parte de sua energia inicial. A energia do fóton, depois do espalhamento, é menor que a inicial, pois parte dela foi usada para fazer vibrar a molécula. Esse é um espalhamento inelástico, com troca de energia entre o fóton e a molécula (Hanlon *et al.*, 2000). Uma vez que o espalhamento Raman é inelástico, o espectro Raman é obtido fazendo-se com que uma luz monocromática de um *laser* incida sobre a amostra que se quer estudar. A luz espalhada é dispersa por uma rede de difração no espectrômetro e seus componentes são recolhidos em um detector que converte a intensidade da luz em sinais elétricos, que são interpretados em um computador na forma de um espectro Raman.

Em sistemas poliméricos impuros, como os compósitos odontológicos, a espectroscopia de Raman apresenta como principal limitação a presença de fluorescência que pode interferir no sinal Raman de interesse. Entretanto, a introdução da ferramenta de transformação de Fourier (FT-Raman), somada à utilização de *lasers* infravermelhos, reduziu o efeito da fluorescência. A radiação infravermelha corresponde à parte de espectro que está localizada entre as regiões do visível (λ 780nm) e do microondas (λ 1mm). Neste trabalho foi utilizado um laser de Nd:YAG desfocado (λ 1064.1nm) que, além de reduzir a fluorescência da amostras, não interfere no grau de conversão do cimento resinoso, uma vez que o pico de absorção da canforoquinona, fotoiniciador do cimento resinoso utilizado, é de aproximadamente 470 nm (Watts, 2005).

Outra vantagem do FT-Raman é a facilidade na confecção da amostras, uma vez que ela pode ter qualquer espessura e não é destruída durante a leitura do espectro. Para confecção das amostras neste trabalho, foram utilizadas matrizes feitas de silicone de reação de adição, simulando canais radiculares, dentro das quais eram inseridos o pino e o cimento resinoso. A flexibilidade dos silicones utilizados em moldagem permite a fácil remoção das amostras, possibilitando a leitura do espectro do cimento resinoso polimerizado. A utilização de silicone de reação de adição deve-se, além maior capacidade

de reprodução de detalhes, ao fato da sua reação de presa não gerar subprodutos. Durante a sua manipulação pode haver a liberação do gás hidrogênio (que não é subproduto da reação de presa) se esta for realizada na presença de umidade ou se houver excesso de grupamento silanol, presente na pasta catalisadora do material (Anunsavice, 1998). Entretanto, esse gás é liberado aos poucos e após algumas horas é praticamente insignificante a sua presença. As matrizes só foram utilizadas decorrido 24 horas da sua confecção, o que teoricamente elimina qualquer interferência do material de moldagem sobre o processo de polimerização do cimento resinoso.

Na confecção das amostras, os pinos foram desgastados de maneira a deixar uma superfície plana, o que facilita a leitura do espectro. O espaço para o cimento resinoso a ser inserido dentro da amostra foi garantido por uma placa plástica colada sobre o pino utilizado na moldagem. Essa metodologia proporcionou uma espessura de cimento resinoso de, aproximadamente, 1mm, ou seja, esta era também a distância entre o pino e a superfície onde foi realizada a leitura do grau de conversão. A mensuração da espessura do cimento resinoso realizada neste trabalho mostrou que a cimentação dos sistemas Light-Post e Aestheti-Post levou a uma linha de cimento que varia de 37 a 69 μm . Essa espessura é bem inferior à utilizada na avaliação do grau de conversão do cimento resinoso. Entretanto, a confecção de amostras com espessura menores de cimento é crítica, principalmente pela impossibilidade de inserção do cimento resinoso dentro do molde de silicone com um espiral lentulo, o que é necessário para reduzir a incorporação de bolhas. Outra dificuldade encontrada nesta técnica de confecção das amostras foi a sua padronização, o que refletiu num elevado desvio padrão, superior ao que é encontrado normalmente nos estudos que avaliam grau de conversão (Pianelli *et al.*, 1999).

O grau de conversão de um compósito odontológico baseado nos monômeros Bis-GMA e TEGDMA pode alcançar até 75%, dependendo da composição e do protocolo de ativação da reação de polimerização (Corrêa, 2003). Um aumento na concentração do diluente TEGDMA leva a um aumento no grau de conversão em função desta molécula ser linear e mais flexível, o que aumenta a sua mobilidade e capacidade de reação (Andrzejewska, 2004). Os cimentos resinosos possuem uma maior concentração de diluentes com a finalidade de reduzir a sua viscosidade e aumentar o seu escoamento.

Assim, esses materiais apresentam um maior grau de conversão que as resinas compostas restauradoras. Kumbuloglu *et al.* (2004) encontraram que o grau de conversão do RelyX ARC alcançou quase 80% quando este foi fotoativado. No presente trabalho, o maior grau de conversão alcançado pelo cimento resinoso RelyX ARC foi de 69,8 %. No entanto, este menor valor de conversão pode ser justificado pelo fato da mensuração não ter sido feita na superfície do cimento em contato com a luz do fotopolimerizador, como realizado no trabalho de Kumbuloglu *et al.* Este valor foi alcançado no terço cervical, com a mensuração sendo feita a, aproximadamente, 2 mm da superfície.

Os cimentos resinosos duais foram desenvolvidos para conciliar as características favoráveis dos cimentos quimicamente ativados com as dos fotoativados. Esperava-se um material com maior tempo de trabalho e capaz de alcançar alto grau de conversão mesmo na ausência de luz. Entretanto, diversos trabalhos têm demonstrado que há uma redução significativa do grau de conversão de grande parte dos cimentos resinosos duais na ausência de fotoativação (Harasahima *et al.*, 1991; Caughman *et al.*, 2001; Braga *et al.*, 2002; Kumbuloglu *et al.*, 2004). Sigemori *et al.* (2005) constataram que os valores de dureza do cimento resinoso RelyX ARC são reduzidos drasticamente na ausência de fotoativação. Os autores utilizaram uma matriz com 14 mm de profundidade, simulando a profundidade do canal radicular preparado para receber um pino, e os valores de dureza diminuíram significantivamente à medida que a profundidade da mensuração aumentava.

A porção de ativação física do cimento RelyX ARC depende da ativação da canforoquinona pelos fótons emitidos pelo aparelho fotopolimerizador. Quanto maior a quantidade de fótons absorvidos pela canforoquinona, maior será quantidade de radicais livres gerados, aumentando o grau de conversão (Watts, 2005). Entretanto, à medida que a luz atravessa o corpo do cimento resinoso ocorre a sua absorção e dispersão, causados principalmente pela carga inorgânica e outros aditivos. Entre os fatores relacionados ao material que influenciam neste fenômeno estão a sua composição, cor e translucidez (Roberts *et al.*, 2004). Neste trabalho foi utilizado o cimento RelyX ARC translúcido na cor A1, que é esperado dispersar menos luz que cores mais escuras e opacas. Outros fatores que estão relacionados à fonte de luz e que podem interferir no processo de polimerização são a densidade de potência do aparelho e o tempo de exposição. A fotoativação do cimento

resinoso foi feita por 40s em duas superfícies, totalizando 80s, através do aparelho Optilux 501 (Demetron/Kerr). Este aparelho possui uma alta densidade de potência, aproximadamente 900 mW/cm^2 , (Tsai *et al.*, 2004), superior à maioria dos aparelhos de lâmpada halógena utilizados nos consultórios odontológicos. Já o tempo utilizado foi o mesmo recomendado pelo fabricante (40s) só que executado de forma a simular uma situação clínica, ou seja, uma fotoativação feita pelas superfícies vestibular e lingual/palatina, que são as faces disponíveis clinicamente quando os dentes adjacentes estão presentes.

Os valores de conversão do cimento resinoso só diferiram entre os pinos no terço médio, sendo que o pino Light-Post apresentou os melhores resultados. Este pino apresenta uma maior translucidez que o Aestheti-Post, sendo que o seu fabricante inclusive afirma que ele pode ser cimentado com um cimento resinoso dual ou com ativação apenas por luz (fotoativado). No terço médio, a leitura foi realizada a, aproximadamente, 6 mm da superfície do cimento exposta à luz do fotopolimerizador. Roberts *et al.* (2004) encontraram que os valores de dureza de uma resina composta fotopolimerizável na profundidade de 6 mm aumentaram de 8,1 KHN (*Knoop Hardness Number*) para 23,1 KHN quando foi utilizado o pino de fibra de vidro Luscent Anchors (Dentatus). Este pino é cilíndrico com diâmetros variando de 1,5 a 1 mm. Esse valor de dureza foi encontrado a uma distância de 1 mm do pino, sendo que os valores reduzem à medida que a leitura era realizada mais distante deste. No presente trabalho, o grau de conversão foi mensurado também a, aproximadamente, 1 mm da superfície do pino, confirmando que a essa distância e na profundidade avaliada o pino de fibra de vidro translúcido é realmente capaz de aumentar o grau de conversão do cimento resinoso dual. Outra observação importante é que o pino foi desgastado até a metade do seu diâmetro, o que leva a uma redução na sua espessura e, por consequência, na distância entre a fonte de luz e cimento resinoso.

O diâmetro do pino também pode interferir na sua capacidade de aumentar o grau de conversão do cimento resinoso. Quanto maior o diâmetro, melhor será a capacidade do pino em permitir que a luz do fotopolimerizador atinja o cimento resinoso (Lui, 1994). O terço apical apresentou valores inferiores de conversão em relação aos outros dois terços, quando se utilizou o pino translúcido Light-Post. Além disso, neste terço não houve

diferença entre os dois pinos utilizados. Foram utilizados pinos #3, que possuem diâmetro de 2,1 mm na sua porção superior (terços cervical e médio) e de 1,4 mm na porção inferior (terço apical). Além da maior distância em relação à fonte de luz, a redução brusca do diâmetro do pino pode ser outro fator que ajude a explicar a ineficácia do pino Light-Post em aumentar o grau de conversão do cimento RelyX ARC no terço apical. Para o Aestheti-Post apenas o terço cervical apresentou valores de grau de conversão superiores, não havendo diferença entre os outros dois terços. Isso parece demonstrar que nos terços médio e apical apenas a porção ativada quimicamente da reação de polimerização foi desencadeada.

No teste de *push-out* houve uma redução dos valores de resistência no terço apical, seguindo o mesmo comportamento do grau de conversão do cimento resinoso. Entretanto, uma correlação entre estes dois fatores não parece ser totalmente verdadeira, uma vez que não houve diferença estatística nos valores de retenção entre os pinos em nenhum dos terços. Se um maior grau de conversão levasse necessariamente a uma maior resistência ao teste de *push-out*, era de se esperar que a retenção do pino Light-Post fosse superior ao do Aestheti-Post no terço médio. Entretanto, tendo em vista o alto fator cavitário (fator-C) nos procedimentos de cimentação de pinos intra-radulares (Bouillaguet et al., 2003), a redução do grau de conversão do cimento, e conseqüente redução das suas propriedades mecânicas, não é necessariamente um fator negativo. Um material com menor grau de conversão, além de apresentar menor módulo de elasticidade, sofre menos contração de polimerização. Esses dois fatores geram menos tensões sobre a interface de união e podem ser benéficos à manutenção desta (Le Bell et al., 2003).

Independentemente do pino utilizado, houve uma diminuição nos valores de resistência a *push-out* no terço apical. Mesmo com a menor área de união neste terço, em vista dos menores diâmetros do preparo e do pino, a conversão dos valores para MPa, a partir do cálculo da área aderida, compensa essa diferença. Como os pinos possuem as mesmas dimensões e o mesmo formato, além de que a diferença no grau de conversão proporcionado por eles no terço médio não se refletiu em diferença na retenção, essa redução no terço apical está relacionada aos procedimentos adesivos. Esta constatação é

reforçada quando se avalia o padrão de fratura das amostras, em que a grande maioria das falhas ocorreu na interface cimento resinoso/dentina.

Os dois pinos foram condicionados com solução de peróxido de hidrogênio a 20% durante dez minutos previamente à aplicação do agente silano. Monticelli *et al.* (2006b) encontraram que esse tratamento foi efetivo em aumentar a união de uma resina composta fluida (resina *flow*) a pinos de fibra de vidro. O peróxido de hidrogênio remove seletivamente a resina epóxica, que envolve os pinos, expondo as fibras de vidro que possuem sílica na sua superfície. O Ceramic primer, utilizado no presente trabalho, possui o agente silano γ -MPS que adere bem às superfícies que contêm sílica (Monticelli *et al.*, 2006a). O pino Aestheti-Post, mesmo sendo à base de fibra de carbono, também possui fibra de vidro em sua porção mais externa como forma de melhorar o aspecto estético. Para os dois pinos utilizados o condicionamento com peróxido de hidrogênio foi efetivo e as amostras avaliadas após o teste de *push-out* apresentavam-se, em sua maioria, totalmente cobertas pelo cimento resinoso. Assim, o elo mais fraco da cimentação dos pinos dentro do canal radicular demonstrou ser a interface de união entre o cimento resinoso e a dentina do canal radicular.

Entre os testes disponíveis para avaliação da retenção de pinos intra-radiculares cimentado no canal radicular, o teste de *push-out* demonstrou ser bastante adequado a esse propósito (Goracci *et al.*, 2004). O teste de *pull-out*, também muito utilizado, impossibilita a mensuração da retenção do pino em regiões específicas do canal radicular (Giachetti *et al.*, 2004; Valandro *et al.*, 2005). Já o teste de micro-tração possibilita esse mapeamento da união no canal radicular. Entretanto, a grande perda de amostras durante a sua confecção, provavelmente em função dos baixos valores de resistência de união alcançados na cimentação de pinos, compromete os resultados obtidos com essa metodologia (Bouillaguet *et al.*, 2003). Uma das desvantagens do teste de *push-out* era atribuída à geração não uniforme de tensões sobre as interfaces de união (Sudsangiam *et al.*, 1999). Entretanto, a utilização de fatias com espessura de, aproximadamente, 1 mm, como as utilizadas neste trabalho, parece eliminar essa desvantagem (Goracci *et al.*, 2004). Neste trabalho, como os pinos foram cimentados numa profundidade de 12 mm, um número maior do que três fatias por amostra poderia ter sido utilizado no teste de *push-out*. A opção pela utilização de

apenas três fatias deve-se ao fato que o pino possui duas áreas de transição no seu diâmetro. Uma está localizada há, aproximadamente, 3,5 mm da extremidade inferior do pino, e a outra se inicia nesta extremidade. Essas áreas dificultariam a obtenção de fatias com um diâmetro do pino uniforme em toda a sua extensão no terço apical se espessuras maiores fossem utilizadas. Outro fator que justifica a utilização de apenas uma fatia é que algumas das fatias restantes puderam ser utilizadas para análise das interfaces em microscopia eletrônica de varredura.

No teste de *push-out*, a união do cimento resinoso à dentina através de um sistema adesivo parece ter pouca contribuição na retenção do pino intra-radicular (Goracci *et al.*, 2005). O principal mecanismo de retenção é, na verdade, alcançado através da fricção do material de cimentação com as paredes do canal radicular. Pirani *et al.* (2005) observaram que mesmo com o adesivo formando uma efetiva camada híbrida com a dentina radicular, havia fendas em toda a extensão do canal. Na cimentação de pinos radiculares a área não aderida, disponível para o cimento resinoso se deformar e dissipar as tensões provenientes da contração de polimerização, é muito inferior à área aderida. Ou seja, o fator-C é muito elevado e, por isso, extremamente desfavorável à manutenção da união. Tay *et al.* (2005a) demonstraram que, em um canal com 20 mm de profundidade, o fator-C pode variar de 46 a 23.461 com a redução da espessura do cimento de 500 para 1µm, ou seja, esse aumento é inversamente proporcional à espessura do cimento. Entretanto, se for feito o cálculo do fator-C, considerando as espessuras medidas em cada terço como uniforme em toda aquela região, os dois diferentes diâmetros do pino e a profundidade de cimentação de 12 mm, o valor seria de, aproximadamente, 236. Uma vez que a adesão ao canal radicular é comprometida em função de fatores como a fotoativação do adesivo e visualização do procedimento, o rompimento da união pode ser esperado. Isto poder ser verificado na fotomicrografias da interface de união do cimento resinoso com o tecido dentinário, em que houve formação de fendas nesta interface para todos os procedimentos adesivos utilizados. Essas fendas poderiam ser atribuídas à formação do vácuo durante a metalização das amostras. Entretanto, essa metodologia é comumente utilizada na análise de interfaces adesivas sem que haja a presença de fendas. Assim, pode-

se imaginar que essas fendas já estivessem presentes ou que a união era muito fraca e não resistiu à formação do vácuo.

Durante o ensaio de *push-out* é possível observar no gráfico “deslocamento x força”, plotado pelo software acoplado à máquina de ensaios EMIC, que a força aplicada sobre o pino continua a aumentar mesmo após o deslocamento deste. Este deslocamento indica o rompimento da união entre o cimento resinoso/sistema adesivo com a dentina do canal radicular. Assim, a força que se opõe à extrusão completa do pino é basicamente de origem friccional. Segundo Lin *et al.* (2001), durante os estágios iniciais do ensaio de *push-out*, são desenvolvidas tensões de cisalhamento com propagação da falha no lado oposto ao da aplicação da carga. Desta forma, se a união não tiver sido rompida durante a contração de polimerização do cimento, essa força de cisalhamento aplicada levará ao seu rompimento. À medida que o pino se desloca, ocorre retenção friccional entre a sua porção não aderida (em que a adesão já foi rompida) e as paredes do canal radicular (Lin *et al.*, 2001). Tendo em vista que a fricção ocorre por contato, parece lógico imaginar que quanto mais íntimo for o contato entre cimento resinoso com as paredes do canal radicular maior será a retenção do pino. Entretanto, como houve diferença nos valores de resistência a *push-out* entre os procedimentos adesivos, podemos supor que estes possam ter influenciado a justaposição entre o cimento resinoso e as paredes do canal radicular.

Os dois sistemas adesivos utilizados possuem monômeros resinosos ácidos em sua composição. O Prime&Bond 2.1 contém o monômero ácido monofosfato de dipentaeritritol pentacrilato (PENTA), enquanto que o Brush&Bond contém o monômero 4-metacriloxi-etil-trimetilato-anidrido (4-META). Após a polimerização do adesivo, monômeros ácidos residuais podem ainda permanecer na camada mais superficial que tem a polimerização inibida pelo oxigênio ou pela ineficiência na fotoativação do adesivo nas regiões profundas do canal. Esses monômeros ácidos residuais inibem a porção da reação de polimerização do cimento resinoso ativada quimicamente (Yamauchi, 1986). Isso é mais crítico nos terços apical e médio, em que fotoativação do cimento é comprometida (Pfeifer *et al.*, 2003). Essa inibição ocorre em função da transferência de cargas entre o monômero ácido, receptor, e a amina terciária, doadora, o que faz com que esta perca sua capacidade de reduzir o peróxido de benzoíla na reação oxi-redução responsável pela geração do

radical livre que inicia a reação de polimerização (Ikemura & Endo, 1999). A inibição da polimerização é proporcional à acidez dos sistemas de união (Sanares *et al.*, 2001). O sistema adesivo convencional de dois passos Prime&Bond 2.1 possui um pH de 2,5*, superior ao do adesivos autocondicionante de passo único Brush&Bond, que é de 1,9*. A maior acidez deste deve-se ao fato que, como adesivos autocondicionantes têm que desmineralizar o substrato para permitir a sua infiltração, grandes concentrações de monômeros resinosos ácidos são incorporados à sua composição. Assim, era de se esperar que os valores de retenção fossem superiores para o Prime&Bond 2.1 em função da sua menor acidez. Entretanto, os valores de resistência a *push-out* deste não diferiram de maneira estatística para os do adesivo autocondicionante Brush&Bond, sendo que, contrariamente ao que se podia esperar, este último apresentou valores numericamente superiores.

A utilização de sais derivados do ácido p-toluenosulfínico, para o Brush&Bond, e do sal sulfinato aromático de sódio, para o Prime&Bond 2.1, como catalisadores ternários, teoricamente eliminaria essa inibição da reação de polimerização do cimento resinoso. A adição desses sais aumenta a reação de polimerização dos adesivos, reduzindo a concentração de monômeros ácidos disponíveis para reagir com a amina tericária do cimento (Foxton *et al.*, 2003). Além disso, a reação desses sais com os monômeros resinosos ácidos produz como produto radicais livres que funcionam como iniciadores da reação química de polimerização do cimento resinoso (Ikemura & Endo, 1999). Entretanto, a utilização dos catalisadores não alterou os valores de resistência a *push-out* para nenhum dos dois sistemas de união. É importante lembrar que a inibição da polimerização do cimento resinoso ocorre apenas próximo à interface deste com o adesivo, onde os componentes dos dois materiais se misturam. Além da pequena espessura de inibição do cimento resinoso, um menor grau de conversão deste não parece influenciar de forma significativa na retenção dos pinos intra-radulares como já foi discutido anteriormente.

Eliminando o efeito da inibição da polimerização do cimento, a possível explicação para a influência do procedimento adesivo sobre a retenção de pinos intra-radulares recai sobre a permeabilidade dos sistemas adesivos utilizados, que permite a

* Segundo informações fornecidas pelos fabricantes.

passagem de água para a interface adesivo/cimento resinoso. Os dois sistemas adesivos utilizados não possuem o monômero resinoso hidroxietil metacrilato (HEMA) em sua composição que, quando polimerizado em meio aquoso, leva à formação de um hidrogel poroso de poli-HEMA. Entretanto, esses dois sistemas apresentam a acetona como solvente orgânico. Tay *et al.* (1996a) demonstraram que há separação de fases com a diluição dos componentes resinosos quando sistemas adesivos convencionais de frasco à base de acetona, como o Prime&Bond 2.1, são utilizados na presença de excesso de umidade. É importante lembrar que o controle da umidade dentro do canal radicular, após a etapa de condicionamento ácido, é uma etapa crítica, não sendo raro a manutenção de excesso de água. Já no Brush&Bond, a acetona é utilizada como co-solvente. Entretanto, a sua rápida volatilização, além do fato de não formar um composto azeotrópico com a água, o outro solvente utilizado, leva a alteração na relação água-acetona, podendo também levar à separação de fases e precipitação dos componentes resinosos (Mozner *et al.*, 2005). Nestes dois sistemas de união, podem ser formados poros como resultado da separação de fases e da polimerização por emulsão dos componentes resinosos (Van Landuyt *et al.*, 2005).

Estes poros funcionam como canais que permitem a difusão osmótica de água através da camada adesiva. A presença de eletrólitos dissolvidos, como íons cálcio e fósforo derivados do processo de autocondicionamento, no caso do Brush&Bond, e de monômeros resinosos hidrófilos não polimerizados, presentes na camada de adesivo que tem a sua polimerização inibida pelo oxigênio, favorecem a criação de um gradiente de pressão osmótico (Tay *et al.*, 2003a). Com isso, ocorre a passagem de água para a interface adesivo/cimento resinoso, levando à formação de bolhas nesta interface em um fenômeno denominado de “*osmotic blistering*” (formação de bolhas por osmose). Uma vez que o principal mecanismo de retenção dos pinos ao canal radicular é friccional, a justaposição do cimento resinoso com as paredes do canal seria desejável com a finalidade de aumentar a retenção (Cury *et al.*, 2006). Quando presentes, essas bolhas podem reduzir o contato do cimento resinoso com as paredes do canal e, em última instância, podem ser responsáveis pela redução dos valores de *push-out*.

O crescimento no diâmetro ou altura das bolhas está diretamente relacionado ao gradiente de pressão osmótico, a quantidade de água disponível e ao tempo decorrido até a

polimerização do cimento resinoso (Tay *et al.*, 2004b). Nos trabalhos com dente extraídos, mesmo não sendo simulado nenhum tipo de pressão pulpar, a umidade intrínseca na dentina, uma vez que o dente não é totalmente desidratado, pode interferir nos mecanismos de união (Tay *et al.*, 2004b). Essa umidade está presente, principalmente, nos túbulos dentinários (Chersoni *et al.*, 2005). Mesmo que durante os procedimentos endodônticos esses túbulos sejam obliterados pelo cimento obturador (*sealer*), que pode penetrar de 35 a 80 µm dentro dos túbulos, esta obliteração é completamente removida durante o preparo do canal para receber o pino (Kouvas *et al.*, 2004). A partir deste momento, os procedimentos adesivos para os dois sistemas de união utilizados neste trabalho, Brush&Bond e Prime&Bond 2.1, podem determinar características diferentes na formação de bolhas na interface adesivo/cimento resinoso.

Para o sistema Prime&Bond 2.1, o condicionamento com ácido fosfórico da dentina do canal radicular remove a lama dentinária (*smear layer*) e os *smear plugs* formados durante o preparo do canal, aumentando o diâmetro dos túbulos e a permeabilidade dentinária. A lavagem do ácido leva ainda mais água para dentro desses túbulos, que não é totalmente eliminada através da secagem com cones de papel absorvente. É essa água que irá passar através da camada adesiva e formar bolhas na interface com o cimento resinoso (Chersoni *et al.*, 2005). Já o autocondicionamento proporcionado pelo sistema Brush&Bond não remove os *smear plugs* (Tay & Pashley, 2001), o que faz com que haja uma menor permeabilidade dentinária e menos água esteja disponível para formar bolhas na interface. A outra fonte de água neste sistema adesivo é a presente na sua própria composição (Tay *et al.*, 2002a). Assim, a formação de bolhas parece ser menos pronunciada nos sistemas autocondicionantes, o que provavelmente refletiu nos maiores valores numéricos no teste de *push-out*, apesar de não haver diferença estatística. Mesmo no terço cervical, em que a fotoativação do cimento resinoso é efetiva, a passagem de água através da camada de adesivo também pode comprometer a retenção dos pinos. Devido ao escoamento do adesivo em direção apical e à maior facilidade de volatilização dos solventes no terço cervical, a camada adesiva nesta região é mais delgada. Em camadas adesivas muito finas, a passagem de fluidos através desta é muito rápida e pode haver a formação de bolhas mesmo com a fotoativação do cimento resinoso (Tay *et*

al., 2005). Além disso, camadas adesivas delgadas não são polimerizadas adequadamente, em função da inibição da polimerização pelo oxigênio (Gauthier *et al.*, 2005).

Na medida em que aumenta a profundidade de aplicação dos sistemas adesivos dentro do canal radicular, alguns fatores podem aumentar a quantidade de água que passa através das camadas adesivas e levar à redução dos valores de resistência *push-out* nas regiões apical e média. O controle da umidade dentro do canal para o sistema convencional Prime&Bond 2.1 é mais difícil nas regiões mais profundas em função da dificuldade de visualização. Além disso, por gravidade, maior quantidade de água fica retida na região apical, o que pode também comprometer a efetividade dos sistemas autocondicionantes. Além disso, os adesivos tendem a escoar para a região apical, formando uma película mais espessa nesta área. Esta maior espessura da camada adesiva, somada a redução da pressão de vapor nesta região, torna mais difícil a volatilização dos solventes. A não eliminação destes solventes reduz o grau de conversão do adesivo e o torna mais poroso. A redução do grau de conversão no terço apical também é comprometida pela maior distância da fonte de luz. Neste trabalho o tempo de fotoativação foi aumentado (Akungor *et al.*, 2006), além de ter sido utilizado um pino plástico “condutor” de luz do sistema Luminex (Chersoni *et al.*, 2005), como tentativa de aumentar o grau de conversão dos sistemas de união. Em adição, a redução da taxa de conversão do cimento resinoso nesse terço, uma vez que a porção da reação de polimerização ativada por luz é comprometida, faz com que haja um maior tempo para a passagem de água para a interface adesivo/cimento resinoso. Esses fatores podem ter sido responsáveis pelos menores valores de resistência a *push-out* no terço apical.

A utilização dos catalisadores ternários para os dois sistemas de união aumentou numericamente a retenção dos pinos ao canal radicular, mas não houve diferença significativa. A utilização dos catalisadores fornece radicais livres adicionais e aumentam o grau de conversão dos sistemas adesivos, reduzindo a sua permeabilidade (Imai *et al.*, 1991). Entretanto, essa redução pareceu não ser suficiente para eliminar totalmente a presença de bolhas na interface de união do adesivo com o cimento resinoso. Já a aplicação de uma resina adesiva hidrófoba e sem solventes, adesivo do sistema Scotchbond Multipurpose, foi efetiva em aumentar os valores de resistência a *push-out*. A utilização

adicional de um adesivo hidrófobo aumenta o grau de conversão do adesivo aplicado previamente, reduzindo a sua permeabilidade (Carvalho *et al.*, 2004). Além disso, pelo fato do adesivo do sistema Scotchbond Multi-purpose formar uma camada adesiva menos permeável, a passagem de água é adicionalmente reduzida (Jayasooriya *et al.*, 2004; King *et al.*, 2005). Isso pode ser comprovado na fotomicrografia (Figura 22D) da interface obtida com aplicação deste adesivo sobre o Prime&Bond 2.1, em que o adesivo permaneceu aderido ao cimento resinoso mesmo após a formação da fenda, que ocorreu em menor extensão.

Diante dos resultados obtidos neste trabalho, o grau de conversão do cimento resinoso parece não influenciar de forma direta na retenção de pinos intra-radiculares. O pino Light-Post proporcionou um maior grau de conversão do cimento resinoso no terço médio. Entretanto, essa maior conversão não se refletiu em maiores valores de retenção para as amostras confeccionadas com este pino em relação àquelas que utilizaram o pino Aestheti-Post. Apesar da união promovida pelos sistemas de união parecer contribuir pouco para retenção de pinos intra-radiculares, o procedimento adesivo parece influenciar na justaposição do cimento resinoso com as paredes do canal e, em última análise, com a retenção friccional destes pinos. A utilização do catalisador químico dos dois sistemas adesivos Prime&Bond 2.1 e Brush&Bond não aumentou a resistência a *push-out* dos pinos. Entretanto, a aplicação do adesivo do sistema Scotchbond Multi-purpose sobre estes sistemas de união foi efetivo em aumentar a retenção dos pinos. Clinicamente, durante a cimentação de pinos intra-radiculares a utilização de uma resina adesiva mais hidrófoba parece ser recomendada. Nos sistemas de união convencionais de três passos e nos autocondicionantes de dois passos, esta resina é disponibilizada como última etapa do processo de união. Assim, esses sistemas de união são preferíveis nos procedimentos de cimentação de pinos ao canal radicular.

7 CONCLUSÕES

Considerando os resultados deste estudo, pode-se concluir:

- a) Apenas no terço médio o pino Light-Post, mais translúcido, proporcionou maiores valores de grau de conversão ao cimento resinoso RelyX ARC do que o Aestheti-Post. Quando o Light-Post foi utilizado, o terço apical apresentou os menores valores de conversão, sendo que não houve diferença entre os terços cervical e médio. Já para o Aestheti-Post o grau de conversão nos terços médio e apical não diferiram e foram inferiores ao alcançado no terço cervical.
- b) Não houve diferença na resistência a *push-out* entre os pinos, independentemente da profundidade avaliada. Os dois sistemas adesivos utilizados, Prime&Bond 2.1 e Brush&Bond, proporcionaram resultados semelhantes no teste de *push-out*. Independentemente do procedimento adesivo e do pino utilizados, não houve diferença entre os terço cervical e médio nos valores de resistência a *push-out*. Já o terço apical apresentou os menores valores.
- c) Para os dois sistemas de união, a utilização do ativador químico não alterou a retenção dos pinos, que foi aumentada pela aplicação do adesivo do sistema Scotchbond Multi-purpose.

REFERÊNCIAS*

Akgungor G, Akkayan B. Influence of dentin bonding agents and polymerization modes on the bond strength between translucent fiber posts and three dentin regions within a post space. **J Prosthet Dent.** 2006; 95(5): 368-78.

Aksornmuang J, Nakajima M, Foxton RM, Tagami J. Effect of prolonged photo-irradiation time of three self-etch systems on the bonding to root canal dentine. **J Dent.** 2006; 34(6): 389-97.

Albers H. F. Pertinent information on cosmetic, adhesive and restorative dentistry. **Adept report.** 1990; 1(4): 33-44.

Andrzejewska E. Kinetics of network formation during photopolymerization. **Trans Acad Dent Mater.** 2004; 18: 69-80.

Anusavice KJ. **Materiais Dentários.** 10ª ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1998.

Ari H, Yasar E, Belli S. Effects of NaOCl on bond strengths of resin cements to root canal dentin. **J Endod.** 2003; 29(4): 248-51.

Barjau-Escribano A, Sancho-Bru JL, Forner-Navarro L, Rodrigues-Cervantes PJ, Perez-Gonzalez A, Sanchez-Marin FT. Influence of prefabricated post material on restored teeth: fracture strength and stress distribution. **Oper Dent.** 2006; 31(1): 47-54.

Bolhuis PB, de Gee AJ, Kleverlaan CJ, El Zohairy AA, Feilzer AJ. Contraction stress and bond strength to dentin for compatible and incompatible combinations of bonding systems

* De acordo com a norma utilizada na FOP/Unicamp, baseada no modelo Vancouver.
Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline

and chemical and light-cured core build-up resin composites. **Dent Mater.** 2006; 22(3): 23-33.

Boschian Pest L, Cavalli G, Bertani P, Gagliani M. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. **Dent Mater.** 2002; 18(8): 596-602.

Bouillaguet S, Troesch S, Wataha JC, Krejci I, Meyer JM, Pashley DH. Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. **Dent Mater.** 2003; 19(3): 199-205.

Bowen RL. Dental filling material comprising vinyl-silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidyl methacrylate. **US patent 3066112.** 1962.

Bowen RL. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. II. Bonding to dentin promoted by a surface-active comonomer. **J Dent Res.** 1965; 44(5): 895-902.

Bowen RL, Cobb EN, Rapson JE. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues: improvement in bond strength to dentin. **J Dent Res.** 1982; 61(9): 1070-6.

Braga RR, César PF, Gonzaga CC. Mechanical properties of resin cements with different activation modes. **J Oral Rehabil.** 2002; 29(3): 257-6.

Braga RR, Ballester RY, Ferracane JL. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: a systematic review. **Dent Mater.** 2005; 21(10): 962-70.

Brukl CE, Nicholson JW, Norling BK. Crown retention and seating on natural teeth with a resin cement. **J Prosthet Dent.** 1985; 53(5): 618-22.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **J Dent Res.** 1955; 34(6): 849-53.

Buonocore MG, Wileman W, Brudevold F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. **J Dent Res.** 1956; 35: 846-51

Buonocore MG, Quigley M. Bonding of synthetic resin material to human dentin: preliminary histological study of the bond area. **J Am Dent Assoc.** 1958; 57(6): 807-11.

Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. **Am J Dent.** 2004; 17(2): 104-8.

Carvalho RM, Pegoraro TA, Tay FR, Pegoraro LF, Silva NR, Pashley DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentine. **J Dent.** 2004; 32(1): 55-65.

Causton BE, Johnson NW. The influence of mineralizing solutions on the bonding of composite restorations to dentin. Cyanoacrylate pre-treatment. **J Dent Res.** 1981; 60(7): 1315-20.

Caughman WF, Chan DC, Rueggeberg FA. Curing potential of dual-polymerizable resin cements in simulated clinical situations. **J Prosthet Dent.** 2001; 86(1): 101-6.

Ceballos L, Garrido MA, Fuentes V, Rodriguez J. Mechanical characterization of resin cements used for luting fiber posts by nanoindentation. **Dent Mater.** No prelo 2006.

Chen YC, Ferracane JL, Prahl AS. A pilot study of a simple photon migration model for predicting depth of cure in dental composite. **Dent Mater.** 2005; 21(11): 1075-86.

Cheong C, King NM, Pashley DH, Ferrari M, Toledano M, Tay FR. Incompatibility of self-etch adhesives with chemical/dual-cured composites: two-step vs one-step systems. **Oper Dent.** 2003; 28(6): 747-55.

Chersoni S, Acquaviva GL, Prati C, Ferrari M, Grandini S, Pashley DH, Tay FR. In vivo fluid movement through dentin adhesives in endodontically treated teeth. **J Dent Res.** 2005; 84(3): 223-7.

Chigira H, Yukitani W, Hasegawa T, Manabe A, Itoh K, Hayakawa T, *et al.* Self-etching dentin primers containing phenyl-P. **J Dent Res.** 1994; 73(5): 1088-95.

Chirila TV. Melanized poly(HEMA) hydrogels: basic research and potential use. **J Biomater Appl.** 1993; 8(2): 106-45.

Clewell DH. Scattering. of Light by Pigment Particles. **J Opt Soc Amer.** 1941; 31, 521-27.

Corrêa IC. **Análise do grau de conversão de uma resina experimental fotopolimerizável: Um estudo espectrométrico em função de diferentes fotoiniciadores e fontes de luz** [Tese]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2003.

Cury AH, Goracci C, de Lima Navarro MF, Carvalho RM, Sadek FT, Tay FR, *et al.* Effect of hygroscopic expansion on the push-out resistance of glass ionomer-based cements used for the luting of glass fiber posts. **J Endod.** 2006; 32(6): 537-40.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, *et al.* A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. **J Dent Res.** 2005; 84(2): 118-32.

Eick, JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ. Current concepts on adhesion to dentin. **Crit Rev Oral Biol Med.** 1997; 8(3): 306-35.

El-Mowafy OM, Rubo MH, El-Badrawy WA. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. **Oper Dent.** 1999; 24(1): 38-44.

Erdemir A, Ari H, Gungunes H, Belli S. Effect of medications for root canal treatment on bonding to root canal dentin. **J Endod.** 2004; 30(2): 113-6.

Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. **Dent Mater.** 1985; 1(1): 11-4.

Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. **J Biomed Mater Res.** 1986; 20(1): 121-31.

Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Cagidiaco MC, Mjor IA. Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. **Am J Dent.** 2000; 13(5): 255-60.

Ferrari M, Vichi A, Grandini S. Efficacy of different adhesive techniques on bonding to root canal walls: na SEM investigation. **Dent Mater.** 2001; 17(5): 422-9.

Finger WJ, Ahlstrand WM. 4-META as an acidic monomer in an all-in-one experimental adhesive. **Compend Contin Educ Dent.** 2001; 22(12 Suppl): 8-11.

Fogel HM, Marshall FJ, Pashley DH. Effects of distance from the pulp and thickness on the hydraulic conductance of human radicular dentin. **J Dent Res.** 1988; 67(11): 1381-5

Fonseca MRM. **Completamente química: Química orgânica.** São Paulo: FTD; 2001.

Foxton RM, Nakajima M, Tagami J, Miura H. Bonding of photo and dual-cure adhesives to root canal dentin. **Oper Dent.** 2003; 28(5): 543-51.

Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. **J Dent Res.** 1979; 58(4): 1364-70.

Gauthier MA, Stangel I, Ellis TH, Zhu XX. Oxygen inhibition in dental resins. **J Dent Res.** 2005; 84(8): 725-9.

Giachetti L, Scaminaci Russo D, Bertini F, Giuliani V. Translucent fiber post cementation using a light-curing adhesive/composite system: SEM analysis and pull-out test. **J Dent.** 2004; 32(8): 629-34.

Goracci C, Tavares AU, Fabianelli A, Monticelli F, Raffaelli O, Cardoso PC, et al. The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. **Eur J Oral Sci.** 2004; 112(4): 353-61.

Goracci C, Fabianelli A, Sadek FT, Papacchini F, Tay FR, Ferrari M. The contribution of friction to the dislocation resistance of bonded fiber posts. **J Endod.** 2005; 31(8): 608-12.

Grandini S, Sapio S, Goracci C, Monticelli F, Ferrari M. A one step procedure for luting glass fibre posts: an SEM evaluation. **Int Endod J.** 2004; 37(10): 679-86.

Gregoire G, Millas A. Microscopic evaluation of dentin interface obtained with 10 contemporary self-etching systems: correlation with their pH. **Oper Dent.** 2005; 30(4): 481-91.

Hanlon EB, Manoharan R, Koo TW, Shafer KE, Motz JT, Fitzmaurice M et al. Prospects for in vivo Raman spectroscopy. **Phys Med Biol.** 2000; 45(2): R1-59.

Harashima I, Nomata T, Hirasawa T. Degree of conversion of dual-cured composite luting cements. **Dent Mater J.** 1991; 10: 8-17.

Hasegawa T, Manabe A, Itoh K, Wakumoto S. Investigation of self-etching dentin primers. **Dent Mater.** 1989; 5(6): 408-10.

Hayashi M, Takahashi Y, Hirai M, Iwami Y, Imazato S, Ebisu S. Effect of endodontic irrigation on bonding of resin cement to radicular dentin. **Eur J Oral Sci.** 2005; 113(1): 70-6.

Iglesias JG, Gonzáles-Benito J, Aznar AJ, Bravo J, Balsega J. Effect of glass surface treatment on mechanical strength of epoxy based composite materials. **J Coll Inter Sci.** 2002; 250(1): 251-60.

Ikemura K, Endo T. Effect on adhesion of new polymerization initiator systems comprising 5-monosubstituted barbituric acids, aromatic sulfinic amides, and tert-butyl peroxy maleic acid in dental adhesive resin. **J Applied Polymer Sci.** 1999; 72(13): 1655-68.

Imai Y, Kadoma Y, Kojima K, Akimoto T, Ikakura K, Ohta T. Importance of polymerization initiator systems and interfacial initiation of polymerization in adhesive bonding of resin to dentin. **J Dent Res.** 1991; 70(7): 1088-91.

Inagaki A, Chigira H, Itoh K, Wakumoto S. Effects of self-etching primers on dentin. **Dent Mater.** 1989; 5(6): 403-7.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, *et al.* Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. **Am J Dent.** 2003; 16(5): 329-34.

Jacobsen T, Söderholm KJ. Some effects of water on dentin bonding. **Dent Mater.** 1995; 11(2): 132-6.

Jayasooriva PR, Pereira PN, Nikaido T, Tagami J. Efficacy of a resin coating on bond strengths of resin cement to dentin. **J Esthet Restor Dent.** 2003; 15(2): 105-13.

Joynt RB, Davis EL, Wieckzkowski GJ, Yu XY. Dentin bonding agents and the smear layer. **Oper Dent.** 1991; 16(5): 186-91.

Kanca J 3rd. Improving bond strength through acid etching of dentin and bonding to wet dentin surfaces. **J Am Dent Assoc.** 1992; 123(9): 35-43.

Kenshima S, Reis A, Uceda-Gomez N, Tancredo L, Filho LE, Nogueira FN, *et al.* Effect of smear layer thickness and pH of self-etching adhesive systems on the bond strength and gap formation to dentin. **J Adhes Dent.** 2005; 7(2): 117-26.

King NM, Tay FR, Pashley DH, Hashimoto M, Ito S, Brackett WW, *et al.* Conversion of one-step to two-step self-etch adhesives for improved efficacy and extended application. **Am J Dent.** 2005; 18(2): 126-34.

Kouvas V, Liolios E, Vassiliadis L, Parissis-Messimeris S, Boutsoukis A. Influence of smear layer on depth of penetration of three endodontic sealers: an SEM study. **Endod Dent Traumatol.** 1998; 14(4): 191-5.

Kugel G, Ferrari M. The science of bonding: from first to sixth generation. **J Am Dent Assoc.** 2000; 131 (Suppl): 20S-25S.

Kumbuloglu O, Lassila LVJ, User A, Vallittu PK. A study of the physical and chemical properties of four resin composites luting cements. **Int J Prosthodont.** 2004; 17(3): 357-63.

Lagouvardos PE, Pissis P, Kyritsis A, Daoukaki D. Water sorption and water-induced molecular mobility in dental composite resins. **J Mater Sci Mater Med.** 2003; 14(9): 753-9.

Lassila LV, Tanner J, Le Bell AM, Narva K, Vallittu PK. Flexural properties of fiber reinforced root canal posts. **Dent Mater.** 2004; 20(1): 29-36.

Le Bell AM, Tanner J, Lassila LV, Kangasniemi I, Vallittu PK. Depth of light-initiated polymerization of glass fiber-reinforced composite in a simulated root canal. **Int J Prosthodont.** 2003; 16(4): 403-8.

Lin G, Geubelle PH, Sottos NR. Simulation of fiber debonding with friction in a model composite pushout test. **Int J Solids Struct.** 2001; 38(46-47): 8547-62.

Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. **Dent Mater.** 2001; 17(6): 504-11.

Lui JL. Depth of composite polymerization within simulated root canals using light-transmitting posts. **Oper Dent.** 1994; 19(5): 165-8.

Mak YF, Lai SC, Cheung GS, Chan AW, Tay FR, Pashley DH. Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and an indirect resin composite. **Dent Mater.** 2002; 18(8): 609-21.

Martelli R. Fourth-generation intraradicular posts for the aesthetic restoration of anterior teeth. **Pract Periodontics Aesthet Dent.** 2000; 12(6): 579-84.

Menezes MS. **Influência do cimento endodôntico na adesão do pino de fibra de vidro à dentina radicular.** [Dissertação] Uberlândia: Faculdade de Odontologia da UFU; 2006.

Monticelli F, Toledano M, Tay FR, Cury AH, Goracci C, Ferrari M. Post-surface conditioning improves interfacial adhesion in post/core restorations. **Dent Mater.** 2006a; 22(7): 602-9.

Monticelli F, Toledano M, Tay FR, Sadek FT, Goracci C, Ferrari M. A simple etching technique for improving the retention of fiber posts to resin composites. **J Endod.** 2006b; 32(1): 44-7.

Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. **Dent Mater.** 2005; 21(10): 895-910.

Moura SK, Pelizzaro A, Dal Bianco K, De Goes MF, Loguercio AD, Reis A, *et al.* Does the acidity of self-etching primers affect bond strength and surface morphology of enamel? **J Adhes Dent.** 2006; 8(2): 75-83.

Musanje L, Darvell BW. Polymerization of resin composite restorative materials: exposure reciprocity. **Dent Mater.** 2003; 19(6): 531-41.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mater Res.** 1982; 16: 265-73.

Nakabayashi N, Pashley DH. **Hybridization of dental hard tissue.** Tokyo: Quintessence Publishing Co; 1998.

Nakabayashi N, Saimi Y. Bonding to intact dentin. **J Dent Res.** 1996; 75(9): 1706-15.

Ngoh EC, Pashley DH, Loushine RJ, Weller RN, Kimbrough WF. Effects of eugenol on resin bond strengths to root canal dentin. **J Endod.** 2001; 27(6): 411-4.

Nyunt MM, Imai Y. Adhesion to dentin with resin using sulfinic acid initiator system. **Dent Mater J.** 1996; 15(2): 175-82.

Ozok AR, Wu MK, Wesselink PR. Comparison of the in vitro permeability of human dentine according to the dentinal region and the composition of the simulated dentinal fluid. **J Dent.** 2002; 30(2-3): 107-11.

Papa J, Cain C, Messer HH. Moisture content of vital vs endodontically treated teeth. **Endod Dent Traumatol.** 1994; 10(2): 91-3.

Pashley EL, Zhang Y, Lockwood PE, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. **Dent Mater.** 1998; 14(1): 6-10.

Perdigao J, Geraldeli S, Lee IK. Push-out bond strengths of tooth-colored posts bonded with different adhesive systems. **Am J Dent.** 2004; 17(6): 422-6.

Perdigao J, Gomes G, Lee IK. The effect of silane on the bond strengths of fiber posts. **Dent Mater.** 2006; 22(8): 752-8.

Pest LB, Cavalli G, Bertani P, Gagliani M. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. **Dent Mater.** 2002; 18(8): 596-602.

Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. **Eur J Oral Sci.** 1997; 105(2): 97-116.

Pfeifer C, Shih D, Braga RR. Compatibility of dental adhesives and dual-cure cements. **Am J Dent.** 2003; 16(4): 235-8.

Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. **J Biomed Mater Res.** 1999; 48(5): 675-81.

Pirani C, Chersoni S, Foschi F, Piana G, Loushine RJ, Tay FR, et al. Does hybridization of intraradicular dentin really improve fiber post retention in endodontically treated teeth? **J Endod.** 2005; 31(12): 891-4.

Reis A, Loguercio AD, Azevedo CL, Carvalho RM, Julio Singer M, Grande RH. Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent bases. **J Adhes Dent.** 2003; 5(3): 183-92.

Roberts HW, Leonard DL, Vandewalle KS, Cohen ME, Charlton DG. The effect of a translucent post on resin composite depth of cure. **Dent Mater.** 2004; 20(7): 617-22.

Rosa BT, Perdigão J. Bond strengths of nonrinsing adhesives. **Quintessence Int.** 2000; 31(5): 353-8.

Sahafi A, Peutzfeldt A, Asmussen E, Gotfredsen K. Bond strength of resin cement to dentin and to surface-treated posts of titanium alloy, glass fiber, and zirconia. **J Adhes Dent.** 2003; 5(2): 153-62.

Sahafi A, Peutzfeldt A, Asmussen E, Gotfredsen K. Effect of surface treatment of prefabricated posts on bonding of resin cement. **Oper Dent.** 2004a; 29(1): 60-8.

Sahafi A, Peutzfeldt A, Asmussen E, Gotfredsen K. Retention and failure morphology of prefabricated posts. **Int J Prosthodont.** 2004b; 17(3): 307-12.

Salz U, Mucke A, Zimmermann J, Tay FR, Pashley DH. pKa value and buffering capacity of acidic monomers commonly used in self-etching primers. **J Adhes Dent.** 2006; 8(3): 143-50.

Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. **Dent Mater.** 2001; 17(6): 542-56.

Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley DH. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. **J Dent Res.** 1994; 73(6): 1205-11.

Sawada N, Hikage S. The incidence angle to the LIGHT-POST™ influences resin photopolymerization. In: **IADR/AADR/CADR 83rd General Session.** Baltimore, United States: IADR. 2005 (abstract 2927).

Semeraro S, Mezzanzanica D, Spreafico D, Gagliani M, Re D, Tanaka T, *et al.* Effect of different bur grinding on the bond strength of self-etching adhesives. **Oper Dent.** 2006; 31(3): 317-23.

Sen D, Poyrazoglu E, Tuncelli B. The retentive effects of pre-fabricated posts by luting cements. **J Oral Rehabil.** 2004; 31(6): 585-9.

Shin WS, LI XF, Schwartz B, Wnder SL, Boran GR. Determination of the degree of cure of dental resins using Raman and FT-Raman spectroscopy. **Dent Mater.** 1993; 9(5): 317-24.

Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. **Biomaterials.** 2002; 23(8): 1819-29.

Sigemori RM, Reis AF, Giannini M, Paulillo LA. Curing depth of a resin-modified glass ionomer and two resin-based luting agents. **Oper Dent.** 2005; 30(2): 185-9.

Stansbury JW, Dickens SH. Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. **Dent Mater.** 2001a; 17(1): 71-9.

Stansbury JW, Dickens SH. Network formation and compositional drift during photo-initiated copolymerization of dimethacrylate monomers. **Polymer.** 2001b; 42(15): 6363-9.

Stansbury JW, Trujillo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, Ge J. Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites. **Dent Mater.** 2005; 21(1): 56-67.

Sudsangiam S, Van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? **J Adhes Dent.** 1999; 1(1): 57-67.

Suh BI, Feng L, Pashley DH, Tay FR. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. **J Adhes Dent.** 2003; 5(4): 267-82.

Swift EJ Jr., May KN Jr., Wilder AD Jr. Effect of polymerization mode on bond strengths of resin adhesive/cement systems. **J Prosthodont.** 1998; 7(4): 256-60.

Swift EJ Jr., Perdigão J, Combe EC, Simpson CH 3rd, Nunes MF. Effects of restorative and adhesive curing methods on dentin bond strengths. **Am J Dent.** 2001; 14(3): 137-40.

Takahashi A, Sato Y, Uno S, Pereira PN, Sano H. Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. **Dent Mater.** 2002; 18(3): 263-8.

Tani C, Finger WJ. Effect of smear layer thickness on bond strength mediated by three all-in-one self-etching priming adhesives. **J Adhes Dent.** 2002; 4(4): 283-9.

Tao L, Pashely DH, Boyd L. Effect of different types of smear layers on dentin and enamel shear bond strengths. **Dent Mater.** 1988; 4(4): 208-16.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. **Dent Mater.** 1996a; 12(4): 236-44.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH. The overwet phenomenon: a transmission electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. **Am J Dent.** 1996b; 9(4): 161-6.

Tay FR, King NM, Suh BI, Pashley DH. Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives. **J Adhes Dent.** 2001; 3(3): 207-25.

Tay FR, King NM, Chan KM, Pashley DH. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? **J Adhes Dent.** 2002a; 4(4): 255-69.

Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. **J Dent.** 2002b; 30(7-8): 371-82.

Tay FR, Pashley DH, Peters MC. Adhesive permeability affects composite coupling to dentin treated with a self-etch adhesive. **Oper Dent.** 2003a; 28(5): 610-21.

Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. **J Adhes Dent.** 2003b; 5(1): 27-40.

Tay FR, Suh BI, Pashley DH, Prati C, Chang SF, LI F. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and self-cured or dual-cured composites. Part II. Single-bottle, total-etch adhesive. **J Adhes Dent.** 2003c; 5(2): 91-105.

Tay FR, Pashley DH, Garcia-Godoy F, Yiu CK. Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part II. Silver tracer penetration evidence. **Am J Dent.** 2004a; 17(5): 315-22.

Tay FR, Pashley DH, Suh B, Carvalho R, Miller M. Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part I. Bond strength and morphologic evidence. **Am J Dent.** 2004b; 17(4): 271-8.

Tay FR, Loushine RJ, Lambrechts P, Weller RN, Pashley DH. Geometric factors affecting dentin bonding in root canals: a theoretical modeling approach. **J Endod.** 2005a; 31(8): 584-9.

Tay FR, Loushine RJ, Weller RN, Kimbrough WF, Pashley DH, Mak YF, et al. Ultrastructural evaluation of the apical seal in roots filled with a polycaprolactone-based root canal filling material. **J Endod.** 2005b; 31(7): 514-9.

Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Hiraishi N, Yiu CK. Water treeing in simplified dentin adhesives--deja vu? **Oper Dent.** 2005c; 30(5): 561-79.

Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. **Dent Mater.** 2001; 17(4): 296-308.

Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? **J Can Dent Assoc.** 2003a; 69 (11): 726-31.

Tay FR, Pashley DH. Water treeing - a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. **Am J Dent.** 2003b; 16(1): 6-12.

Tsai PC, Meyers IA, Walsh LJ. Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing lights. **Dent Mater.** 2004; 20(4):364-9.

Valandro LF, Filho OD, Valera MC, de Araujo MA. The effect of adhesive systems on the pullout strength of a fiberglass-reinforced composite post system in bovine teeth. **J Adhes Dent.** 2005; 7(4): 331-6.

Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, *et al.* Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. **J Dent Res.** 2005; 84(2): 183-8.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijav P, *et al.* Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Oper Dent.** 2003; 28(3): 215-35.

Van Meerbeek B, Vargas S, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, *et al.* Adhesives and cements to promote preservation dentistry. **Oper Dent.** 2001; 26(Supplement 6): S119-S144.

Vano M, Goracci C, Monticelli F, Tognini F, Gabriele M, Tay FR *et al.* The adhesion between fibre posts and composite resin cores: the evaluation of microtensile bond strength following various surface chemical treatments to posts. **Int Endod J.** 2006; 39(1): 31-9.

Wang T, Nakabayashi N. Effect of 2-(methacryloxy)ethyl phenyl hydrogen phosphate on adhesion to dentin. **J Dent Res.** 1991; 70(1): 59-66.

Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. **J Dent Res.** 1994; 73(6): 1212-20.

Watts DC. Reaction kinetics and mechanics in photo-polymerised networks. **Dent Mater.** 2005; 21(1): 27-35.

White SN, Yu Z. Physical properties of fixed prosthodontic, resin composite luting agents. **Int J Prosthodont.** 1993; 6(4): 384-9.

Yamauchi J, Study of dental adhesive containing phosphoric acid methacrylate monomer. **Japanese Journal of Dental Materials.** 1986; 5(2): 144–154.

Yamauchi J, Yamada K, Shibatani K. Adhesive compositions for hard tissues of the human body. **United States Patent.** Number 4,182,035; 1980.

Yiu CK, King NM, Carrilho MR, Sauro S, Rueggeberg FA, Prati C, *et al.* Effect of resin hydrophilicity and temperature on water sorption of dental adhesive resins. **Biomaterials.** 2006; 27(9): 1695-703.

Yoldas O, Alaçam T. Microhardness of composites in simulated root canals cured with light transmitting posts and glass-fiber reinforced composite posts. **J Endod.** 2005; 31(2): 104-6.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, *et al.* Comparative study on adhesive performance of functional monomers. **J Dent Res.** 2004; 83(6): 454-8.

Yoshida Y, Van Meebeek B, Nakayama Y, Snawaert J, Hellemans L, Lambrechts P, *et al.* Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. **J Dent Res.** 2000; 79(2): 709-14.

Zaikov GE, Iordanskii AL, Markin VS. Diffusion of electrolytes in polymers. **VNU Science Press BV**: Utrecht, The Netherlands, 1988: 48-70. *Apud* Tay FR, Pashley DH, Peters MC. Adhesive permeability affects composite coupling to dentin treated with a self-etch adhesive. **Oper Dent**. 2003; 28(5): 610-21

ANEXOS

Anexo 1 – Análise estatística da mensuração do grau de conversão do cimento resinoso.

The GLM Procedure

Class Level Information

Class	Levels	Values
GRUPO	2	1 2
REP	10	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
PROF	3	1 2 3

Number of observations 30

The GLM Procedure

Dependent Variable: VALOR

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	13	6602.933333	507.917949	18.02	<.0001
Error	16	450.933333	28.183333		
Corrected Total	29	7053.866667			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	VALOR Mean
0.936073	11.27932	5.308798	47.06667

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
GRUPO	1	1470.000000	1470.000000	52.16	<.0001
GRUPO*REP	8	475.866667	59.483333	2.11	0.0969
PROF	2	4457.266667	2228.633333	79.08	<.0001
GRUPO*PROF	2	199.800000	99.900000	3.54	0.0532

Source	DF	Type III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
GRUPO	1	1470.000000	1470.000000	52.16	<.0001
GRUPO*REP	8	475.866667	59.483333	2.11	0.0969
PROF	2	4457.266667	2228.633333	79.08	<.0001
GRUPO*PROF	2	199.800000	99.900000	3.54	0.0532

Tests of Hypotheses Using the Type III MS for GRUPO*REP as an Error Term

Source	DF	Type III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
GRUPO	1	1470.000000	1470.000000	24.71	0.0011

The GLM Procedure
Least Squares Means

GRUPO*PROF Effect Sliced by GRUPO for VALOR

GRUPO	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
1	2	1840.133333	920.066667	32.65	<.0001
2	2	2816.933333	1408.466667	49.98	<.0001

The GLM Procedure
Least Squares Means
Adjustment for Multiple Comparisons: Tukey

Standard Errors and Probabilities Calculated Using the Type III MS for GRUPO*REP as an Error

		LSMEAN		
GRUPO	PROF	VALOR	LSMEAN	Number
1	1	55.2000000	1	
1	2	36.0000000	2	
1	3	29.0000000	3	
2	1	69.8000000	4	
2	2	56.0000000	5	
2	3	36.4000000	6	

Least Squares Means for effect GRUPO*PROF
Pr > |t| for H0: LSMean(i)=LSMean(j)

Dependent Variable: VALOR

i/j	1	2	3	4	5	6
1		0.0345	0.0059	0.1205	1.0000	0.0384
2	0.0345		0.7088	0.0011	0.0279	1.0000
3	0.0059	0.7088		0.0003	0.0049	0.6648
4	0.1205	0.0011	0.0003		0.1496	0.0012
5	1.0000	0.0279	0.0049	0.1496		0.0310
6	0.0384	1.0000	0.6648	0.0012	0.0310	

The GLM Procedure
Least Squares Means

GRUPO*PROF Effect Sliced by PROF for VALOR

PROF	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
1	1	532.900000	532.900000	8.96	0.0173
2	1	1000.000000	1000.000000	16.81	0.0034
3	1	136.900000	136.900000	2.30	0.1677

The GLM Procedure

Level of GRUPO	Level of PROF	-----VALOR-----		
		N	Mean	Std Dev
1	1	5	55.2000000	4.2071368
1	2	5	36.0000000	6.1237244
1	3	5	29.0000000	5.0990195
2	1	5	69.8000000	4.4384682
2	2	5	56.0000000	5.4772256
2	3	5	36.4000000	10.0399203

Anexo 2 – Análise estatística do ensaio de resistência a *push-out*.

The GLM Procedure					
Level of Pi no	Level of Adesi vo	Level of Prof	N	-----Val or----- Mean	Std Dev
1	1	1	5	8.2100000	3.13455739
1	1	2	5	5.7100000	1.86822108
1	1	3	5	5.4480000	1.67046999
1	2	1	5	8.4300000	3.67648609
1	2	2	5	6.7260000	1.53464328
1	2	3	5	8.0760000	3.50358816
1	3	1	5	11.2760000	2.93173669
1	3	2	5	11.6720000	3.92364881
1	3	3	5	8.2260000	3.16891622
1	4	1	5	7.9640000	2.90638607
1	4	2	5	7.9260000	1.73552009
1	4	3	5	7.0780000	3.47927004
1	5	1	5	11.5920000	3.69825229
1	5	2	5	8.9860000	4.41008277
1	5	3	5	9.4800000	4.43715562
1	6	1	5	10.0220000	4.37112914
1	6	2	5	12.8480000	4.96575473
1	6	3	5	9.6960000	2.83074725
2	1	1	5	7.5900000	4.18240959
2	1	2	5	6.2780000	3.67173937
2	1	3	5	5.0700000	2.98402413
2	2	1	5	7.1320000	2.75499002
2	2	2	5	7.6380000	3.89467842
2	2	3	5	6.7140000	3.85418344
2	3	1	5	8.7920000	4.14595224
2	3	2	5	9.3300000	4.79515902
2	3	3	5	8.4180000	3.98523776
2	4	1	5	8.5320000	3.88402755
2	4	2	5	9.2780000	3.44705236
2	4	3	5	5.5060000	1.16347755
2	5	1	5	9.0780000	1.35597566
2	5	2	5	11.0520000	4.68789612
2	5	3	5	8.7700000	3.16697016
2	6	1	5	11.9100000	3.12895350
2	6	2	5	12.0280000	2.97944122
2	6	3	5	9.7480000	1.83208078

The GLM Procedure

Class Level Information		
Cl ass	Level s	Val ues
Pi no	2	1 2
Adesi vo	6	1 2 3 4 5 6
Rep	5	1 2 3 4 5
Prof	3	1 2 3

Number of observations 180

The GLM Procedure

Dependent Variable: Val or

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	83	1384.859726	16.685057	1.59	0.0147
Error	96	1009.722093	10.517938		
Corrected Total	179	2394.581819			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Val or Mean
0.578331	37.39325	3.243137	8.673056

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Pi no	1	5.8716672	5.8716672	0.56	0.4568
Adesi vo	5	464.5243294	92.9048659	8.83	<.0001
Pi no*Adesi vo	5	16.9873561	3.3974712	0.32	0.8980
Pi no*Adesi vo*Rep	48	687.0340667	14.3132097	1.36	0.1012
Prof	2	87.9470144	43.9735072	4.18	0.0182
Pi no*Prof	2	9.6194078	4.8097039	0.46	0.6344
Adesi vo*Prof	10	53.1853256	5.3185326	0.51	0.8823
Pi no*Adesi vo*Prof	10	59.6905589	5.9690559	0.57	0.8366

Source	DF	Type III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Pi no	1	5.8716672	5.8716672	0.56	0.4568
Adesi vo	5	464.5243294	92.9048659	8.83	<.0001
Pi no*Adesi vo	5	16.9873561	3.3974712	0.32	0.8980
Pi no*Adesi vo*Rep	48	687.0340667	14.3132097	1.36	0.1012
Prof	2	87.9470144	43.9735072	4.18	0.0182
Pi no*Prof	2	9.6194078	4.8097039	0.46	0.6344
Adesi vo*Prof	10	53.1853256	5.3185326	0.51	0.8823
Pi no*Adesi vo*Prof	10	59.6905589	5.9690559	0.57	0.8366

Tests of Hypotheses Using the Type III MS
for Pi no*Adesi vo*Rep as an Error Term

Source	DF	Type III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Pi no	1	5.8716672	5.8716672	0.41	0.5249
Adesi vo	5	464.5243294	92.9048659	6.49	0.0001
Pi no*Adesi vo	5	16.9873561	3.3974712	0.24	0.9441

The GLM Procedure

Tukey's Studentized Range (HSD) Test for Val or

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate, but it generally has a higher Type II error rate than REGWQ

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	96
Error Mean Square	10.51794
Critical Value of Studentized Range	2.80719
Minimum Significant Difference	0.9597

Means with the same letter are not significantly different.

Tukey Grouping	Mean	N	Pi no
A	8.8537	90	1
A	8.4924	90	2

The GLM Procedure

Tukey's Studentized Range (HSD) Test for Valor

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate, but it generally has a higher Type II error rate than REGWQ

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	96
Error Mean Square	10.51794
Critical Value of Studentized Range	4.11266
Minimum Significant Difference	2.4352

Means with the same letter are not significantly different.

Tukey Grouping		Mean	N	Adesi vo
A		11.0420	30	6
B	A	9.8263	30	5
B	A	9.6190	30	3
B	C	7.7140	30	4
B	C	7.4527	30	2
C		6.3843	30	1

The GLM Procedure

Tukey's Studentized Range (HSD) Test for Valor

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate, but it generally has a higher Type II error rate than REGWQ

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	96
Error Mean Square	10.51794
Critical Value of Studentized Range	3.36671
Minimum Significant Difference	1.4096

Means with the same letter are not significantly different.

Tukey Grouping		Mean	N	Prof
A		9.2107	60	1
A		9.1227	60	2
B		7.6858	60	3

The UNIVARIATE Procedure
Variable: r

Moments

N	180	Sum Weights	180
Mean	0	Sum Observations	0
Std Deviation	2.37505906	Variance	5.64090555
Skewness	-0.0207457	Kurtosis	-0.0085684
Uncorrected SS	1009.72209	Corrected SS	1009.72209
Coeff Variation	.	Std Error Mean	0.17702645

Basic Statistical Measures

Location		Variability	
Mean	0.00000	Std Deviation	2.37506
Median	-0.00333	Variance	5.64091
Mode	.	Range	12.93400
		Interquartile Range	3.04333

Tests for Location: $\mu_0=0$

Test	-Statistic-	-----p Value-----
Student's t	t 0	Pr > t 1.0000
Sign	M 0	Pr >= M 1.0000
Signed Rank	S 23	Pr >= S 0.9739

Tests for Normality

Test	--Statistic--	-----p Value-----
Shapiro-Wilk	W 0.996897	Pr < W 0.9757
Kolmogorov-Smirnov	D 0.039849	Pr > D >0.1500
Cramer-von Mises	W-Sq 0.021164	Pr > W-Sq >0.2500
Anderson-Darling	A-Sq 0.155392	Pr > A-Sq >0.2500

Quantiles (Definition 5)

Quantile	Estimate
100% Max	6.44800000
99%	6.14133333
95%	3.88633333
90%	3.16666667
75% Q3	1.58100000
50% Median	-0.00333333
25% Q1	-1.46233333
10%	-3.14266667
5%	-4.09066667

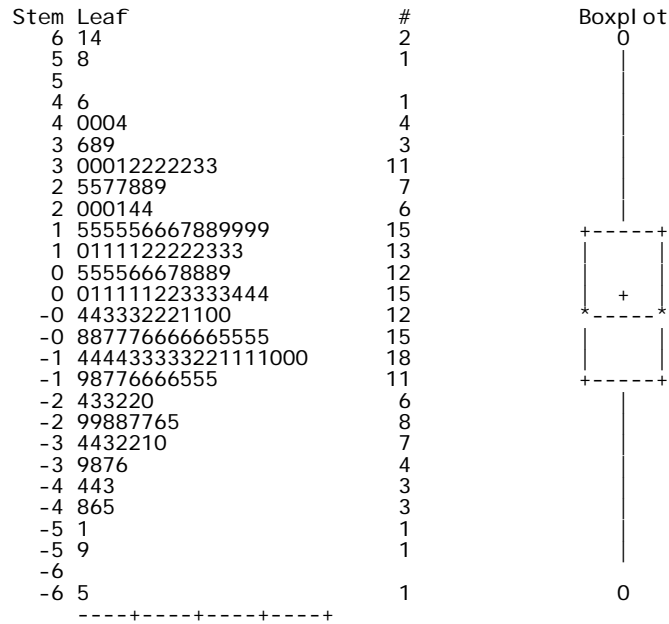
The UNIVARIATE Procedure
Variable: r

Quantiles (Definition 5)

Quantile	Estimate
1%	-5.88400000
0% Min	-6.48600000

Extreme Observations

-----Lowest-----		-----Highest-----	
Value	Obs	Value	Obs
-6.48600	70	4.42400	61
-5.88400	63	4.57933	94
-5.11067	115	5.78400	86
-4.82133	132	6.14133	161
-4.64600	120	6.44800	101



The UNIVARIATE Procedure
Variable: r
Normal Probability Plot

